



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

**Efecto del medio de temple
en la microestructura y
resistencia a la corrosión de
Ti-6Al-4V**

TESIS

Que para obtener el título de
Ingeniero Mecánico

P R E S E N T A

Edgar Javier Lozano Ramírez

DIRECTOR DE TESIS

Dr. Jesús Rafael González Parra



Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2026



**PROTESTA UNIVERSITARIA DE INTEGRIDAD Y
HONESTIDAD ACADÉMICA Y PROFESIONAL
(Titulación con trabajo escrito)**



De conformidad con lo dispuesto en los artículos 87, fracción V, del Estatuto General, 68, primer párrafo, del Reglamento General de Estudios Universitarios y 26, fracción I, y 35 del Reglamento General de Exámenes, me comprometo en todo tiempo a honrar a la institución y a cumplir con los principios establecidos en el Código de Ética de la Universidad Nacional Autónoma de México, especialmente con los de integridad y honestidad académica.

De acuerdo con lo anterior, manifiesto que el trabajo escrito titulado EFFECTO DEL MEDIO DE TEMPLE EN LA MICROESTRUCTURA Y RESISTENCIA A LA CORROSION DE TI-6AL-4V que presenté para obtener el título de INGENIERO MECÁNICO es original, de mi autoría y lo realicé con el rigor metodológico exigido por mi Entidad Académica, citando las fuentes de ideas, textos, imágenes, gráficos u otro tipo de obras empleadas para su desarrollo.

En consecuencia, acepto que la falta de cumplimiento de las disposiciones reglamentarias y normativas de la Universidad, en particular las ya referidas en el Código de Ética, llevará a la nulidad de los actos de carácter académico administrativo del proceso de titulación.

EDGAR JAVIER LOZANO RAMIREZ

Número de cuenta: 116007557

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: DRA. ROSALBA RODRIGUEZ CHAVEZ

VOCAL: DR. JESUS RAFAEL GONZALEZ PARRA

SECRETARIO: DR. GABRIEL ANGEL LARA RODRIGUEZ

1ER. SUPLENTE: M.C. JORGE LUIS ROMERO HERNANDEZ

2DO. SUPLENTE: DR. ANTONIO ENRIQUE SALAS REYES

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Laboratorio De Centro de Centro de Ingeniería de Superficies y Acabados

DIRECTOR DE TESIS:

Dr. Jesús Rafael González Parra

SUSTENTANTE:

Edgar Javier Lozano Ramírez

Agradecimientos

En primer lugar, mis agradecimientos a mi asesor de tesis el Dr. Jesús Rafael González Parra por no dejarme solo y guiarme a cada paso en la elaboración de esta tesis, que después de año y medio culmina con este trabajo. Ha sido un gran apoyo, no solo como profesor, sino como un mentor y amigo. Desde el segundo año de carrera nos conocemos, pasando desde profesor, jefe durante mi servicio social y quedando como una figura clave en mi formación profesional.

A mi familia por su apoyo constante durante ya más de 10 años, desde la primaria hasta la universidad, gracias por su paciencia y por acompañarme en todos los cambios y todo el esfuerzo que han hecho en esta vida que ha sido marcada por los constantes estudios.

A mi madre por la paciencia, el cariño y amor dado durante toda la vida. A mi padre por ser la fuente de inspiración de estudiar ingeniería, por las noches en vela y las desveladas que ha tenido que soportar por brindarme una mano y ayudarme en todo.

Gracias por todo, les agradezco la oportunidad brindada.

Resumen.

En este trabajo se realizó un calentamiento por encima de la temperatura de transición β (β -transus) en láminas de Ti-6Al-4V, con el fin de establecer qué tipo de temple influía mejor en la dureza y su resistencia a la corrosión. Se realizaron ensayos de microscopia óptica, microscopia electrónica de barrido, difracción rayos X, microdureza Vickers y curvas de polarización potenciodinámica.

Índice

1. Introducción	1
1.1 Planteamiento del problema	2
1.2 Objetivos generales	2
1.2.1 Objetivos específicos	2
2. Marco teórico	3
2.1 Titanio	3
2.1.1 Aplicaciones industriales del titanio	4
2.2 Propiedades fundamentales del titanio	5
2.2.1 Estructuras cristalinas	6
2.3 Aleación Ti-6Al-4V	10
2.4 Temple	11
2.4.1 Microestructura martensítica	11
2.4.2 Microestructura Widmanstätten	14
2.4.3 Microestructura Widmanstätten α Fina	14
2.4.4 Microestructura Widmanstätten α gruesa	14
2.4.5 Microestructura Basketweave	15
2.5 Pasivación en el titanio	16
2.6 Corrosión en titanio	16
2.7 Cinética electroquímica	17
2.7.1 Ley de Faraday	17
2.7.2 Ley de Tafel	18
2.7.3 Diagrama de Evans	19
2.7.4 Potencial de corrosión (<i>E_{corr}</i>)	20
2.7.5 Densidad de corriente (<i>i_{corr}</i>)	21
2.7.6 Densidad de corriente de pasividad (<i>i_{pass}</i>)	21
2.8 Técnicas electroquímicas	23
2.8.1 Curvas de polarización potenciodinámica	24
2.8.2 Extrapolación de Tafel	26

2.8.3 Medición para densidad de corriente de pasivación (<i>ip</i>) y potencial de ruptura (<i>Ebd</i>).....	28
3. Metodología experimental	30
3.1 Corte y preparación de la muestra	30
3.2 Tratamientos térmicos	32
3.3 Microestructura.....	33
3.4 Microdureza.....	35
3.5 Curvas de polarización potenciodinámica	36
3.5.1 Procedimiento para las curvas de polarización.....	38
4. Resultados	38
4.1 Microestructura.....	38
4.1.1 Microestructura revelada por SEM	44
4.1.2 Análisis termodinámico del temple: velocidad de enfriamiento y porcentaje de la fase martensítica	49
4.2 Microdureza Vickers.....	53
4.3 Corrosión	55
4.3.1 Curvas de polarización	55
4.3.3 Velocidad de corrosión.....	62
4.3.4 Corriente de pasivación y potencial de ruptura	63
5. Conclusiones.....	68
6. Anexo - Técnicas de caracterización	70
6.1 Caracterización microestructural.....	70
6.2 SEM	71
6.3 Microdureza.....	71
6.4 Caracterización electroquímica (curvas de polarización)	72
7. Anexo 2	72
7.1 Gráficas de tracción	72
7.2 Ecuaciones para la cinética de transformación	73
A.1 Desarrollo de la ecuación JMAK	73

B.1 Desarrollo de la ecuación Koistinen-Marburger.....	75
7.3 Catálogo microestructural.....	77
8. Referencias.....	79

1. Introducción

El titanio ha tomado un papel fundamental en la metalurgia moderna, no por su volumen de producción ni su precio más barato en comparación con el acero o el aluminio, sino por tener propiedades con las que pocos materiales pueden compararse. El titanio tiene excelentes propiedades si las comparamos directamente con los metales más comunes en la industria; acero y aluminio, destacando sobre estos metales por su dureza, ligereza y resistencia a la corrosión. En la actualidad la aleación más usada es el Ti-6Al-4V, abarcando más del 50% de la producción mundial, donde a su vez más del 80% es consumido por la industria aeronáutica, seguida por la industria biomédica. Esta aleación tiene propiedades muy equilibradas en comparación a otras composiciones de Ti, debido a ser la aleación predominante en el mercado de titanio se usará en esta tesis con el objetivo de mejorar sus propiedades mediante el temple para las industrias donde se requiere una mayor resistencia a la corrosión y materiales resistentes con una alta relación resistencia-peso, como son la industria marina, minera y la industria aeroespacial que representa el mayor mercado. [1]

En el presente trabajo se caracteriza el cambio de las propiedades de la aleación de grado 5, Ti-6Al-4V, al someterse a dos diferentes medios de temple: temple en agua fría (Water Quenching) para un enfriamiento rápido que limite la difusión atómica y enfriamiento en aire (Air Quenching) con una menor velocidad de enfriamiento permitiendo una mayor difusión atómica.

Para determinar los cambios de la aleación tras el temple, se realizaron diferentes pruebas: una revisión a su microestructura con un microscopio óptico a un aumento final de 200X (objetivo de 20X y un aumento ocular de 10X), microscopia electrónica de barrido (SEM), microdureza Vickers y pruebas de corrosión por curvas de polarización. Se usará una muestra en "blanco" como control, para comparar que tanto se modificaron sus propiedades originales.

Los resultados obtenidos muestran que el temple en agua (WQ) tuvo mejores propiedades que el enfriamiento en aire (AQ). La muestra WQ tuvo un aumento en su dureza de casi el doble que la aleación original, mostrando como pueden obtenerse grandes beneficios al modificar la microestructura de esta aleación con un tratamiento térmico y con ello se abre un importante

camino en la investigación y desarrollo de tratamientos térmicos para este tipo de aleaciones.

1.1 Planteamiento del problema

En la industria moderna, el uso de la aleación de titanio Ti6Al4V (Grado 5), en condiciones de entrega (as-Fabricated) no siempre presenta el equilibrio óptimo de microdureza y resistencia a la corrosión necesaria para resistir ambientes extremadamente agresivos, como el agua del mar que impacta en la industria naval.

La falta de un tratamiento térmico, puede resultar en una menor vida útil del material, por ejemplo: corrosión por picaduras en medios salinos y/o limitar un diseño de estructuras que requieren una dureza superior para soportar esfuerzos.

El presente trabajo caracteriza el efecto de dos medios de temple, agua (WQ) y aire (AQ) para determinar cuál microestructura maximiza la dureza sin comprometer la resistencia por la cual se caracteriza el titanio.

1.2 Objetivos generales

Caracterizar el efecto del medio de enfriamiento durante el temple de aleaciones base Ti para determinar su impacto en el condicionamiento microestructural y la resistencia a la corrosión de la aleación.

1.2.1 Objetivos específicos

- Templar en agua y en aire una aleación base Ti.
- Determinar la condición microestructural de la aleación en condiciones de entrega y después del temple.
- Caracterizar por medio de microscopia óptica y de barrido la microestructura de la aleación.
- Estimar las propiedades mecánicas de la aleación por medio de microdureza Vickers.
- Determinar la resistencia a la corrosión de una base Ti por medio de técnicas electroquímicas

2. Marco teórico

2.1 Titanio

El titanio abarca el 0.6% en masa en la corteza terrestre, esto lo hace el noveno elemento más abundante y el cuarto en los metales, después del aluminio, el hierro y el magnesio. A pesar de su abundancia, su costo es elevado debido a las dificultades para extraerlo de sus minerales ya que el titanio no se encuentra como metal puro, sino en forma de óxidos como el rutilo (TiO_2), perovskita (CaTiO_3) y la ilmenita (FeTiO_3), los cuales se extraen principalmente en países como Australia, Sudáfrica, Canadá, India y China.

El titanio fue identificado por primera vez en el mineral ilmenita en 1791 por el clérigo y mineralogista William Gregor, quien identificó la presencia de un nuevo material mientras examinaba la arena negra del río Helford (Inglaterra). Gregor aisló un óxido metálico de color blanco que no pudo identificar y lo llamó "mecanita", no fue hasta 1795 que Martin Heinrich le dio el nombre definitivo: titanio, esto tras analizar una muestra de rutilo, en Boinik, actual Eslovaquia. Se afirma que lo nombró así por la fuerza de los titanes de la mitología griega.

Desde entonces, comenzaron los intentos por aislarlo, pero la mayoría fueron infructuosos debido a la alta reactividad del titanio con el oxígeno y el nitrógeno, o porque formaba un carburo imposible de reducir. Tuvo que pasar un siglo para que, en 1910, Matthew Albert Hunter consiguiera titanio con una pureza del 99.9 % al hacer reaccionar tetracloruro de titanio (TiCl_4) con sodio. No obstante, las reducciones con sodio o magnesio solo producían cantidades limitadas del metal.

No fue sino hasta 1940 cuando el químico luxemburgués William Justin Kroll patentó un nuevo procedimiento basado en la reducción del TiCl_4 con magnesio, lo que permitió producir titanio a gran escala. Desde entonces, el método Kroll se consolidó como el proceso más utilizado a nivel mundial para la obtención de titanio en masa desde que nació en 1946. [1]

2.1.1 Aplicaciones industriales del titanio

El titanio destaca por su gran combinación entre baja densidad y alta resistencia mecánica, su resistencia a la corrosión y la biocompatibilidad del titanio, convirtiéndose en un material sumamente usado en diversas industrias, como: [2]

- Industria Aeroespacial: Su bajo peso, alta resistencia y durabilidad lo vuelve un sustituto perfecto del acero, pero no se usa donde sea, sino en partes vitales de la aeronave, como componentes estructurales, fuselajes, alas y trenes de aterrizaje, donde una falla puede ser fatal para las vidas humanas.
- Industria Marina: Su natural capa protectora lo hace perfecto para resistir ambientes corrosivos como la corrosión del mar, garantizando una larga vida para estructuras navales.
- Industria Biomédica: La biocompatibilidad del titanio permite adaptarse al cuerpo reduciendo el riesgo de rechazo a un cuerpo extraño y evitando que se degrade y se presenten efectos tóxicos al cuerpo humano. No solo eso, el titanio tiene la capacidad de unirse directamente con el hueso (osteointegración) volviéndose extremadamente útil en implantes ortopédicos, prótesis articulares y dispositivos dentales, donde se requiere crecimiento del tejido óseo.

El titanio abarca un gran mercado, por sí solo domina la industria aeroespacial, abarcando el 80% de esta, es usado en muchas partes de los aviones, desde las hélices de las turbinas a algunas partes como el pylon que sujeta al motor. Como es muy solicitado, el precio del material se eleva ya que, a mayor demanda, mayor precio. Son pocas las industrias que exigen una demanda tan grande de titanio, por ejemplo, la industria biomédica que, aunque no se use mucho es fundamental para mejorar o incluso salvar vidas humanas, volviéndose el precio de este metal algo secundario. La combinación de ligereza, resistencia, dureza y biocompatibilidad lo convierte en un material insustituible en numerosas aplicaciones estratégicas. Por ello, resulta fundamental la investigación y la optimización de sus propiedades, como se busca en este trabajo mediante el temple, para ampliar su aplicabilidad y mejorar su desempeño superior. [1]

2.2 Propiedades fundamentales del titanio

El titanio tiene excelentes propiedades, las cuales se resumen en la Figura 1, siendo las más significativas:

- Baja densidad, en torno a 4.43 g/cm³ (Ti-6Al-4V), un 40% más ligero que el acero y 60% más denso que el aluminio.

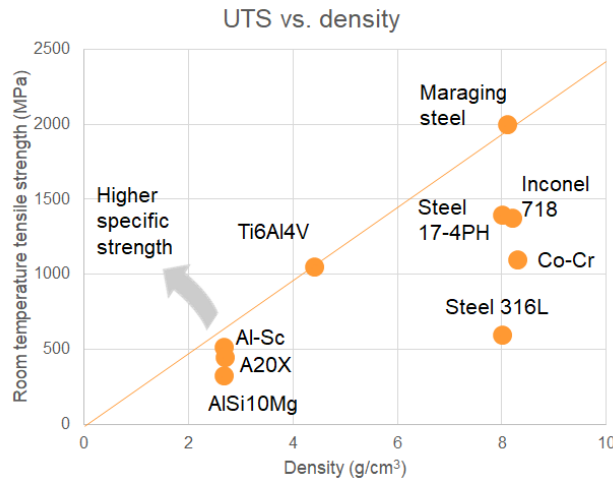


Figura 1. Gráfico de densidades de diferentes materiales [3].

- El punto de fusión del Ti puro es a los 1,668 °C. Este punto de fusión está por encima de la media lo que lo hace un buen candidato a ser metal refractario. [3]
- Tiene un peso equivalente de $PE_{Ti-6Al-4V} = 11.8$ g/equiv. [3]
- El Titanio no es magnético y es biocompatible. [3]
- Tiene una alta resistencia a la corrosión, sobrepasando a otros metales como el acero inoxidable, aluminio u aleaciones de cobre, debido a su capa protectora de óxido que la hace resistir en muchos entornos agresivos, como el agua de mar y algunos agentes químicos. [3]
- La biocompatibilidad del Ti, lo hace un gran candidato para ser usado en el cuerpo humano como en prótesis o implantes. [3]

- **Propiedades mecánicas.**

Las propiedades mecánicas del Ti se muestran en la Tabla 1. El titanio tiene una buena ductilidad, lo que permite una deformación plástica sin fractura. Al tener un módulo de Young menor que el acero, es más flexible y menos rígido que este, lo que evita deformaciones permanentes al deformar elásticamente. Por su tenacidad y resistencia al impacto superior al acero, se le considera como uno de los metales más fuertes.

Tabla 1. Tabla comparativa de propiedades mecánicas de diferentes aleaciones. [2]

Propiedad	Titanio Grado 2	Titanio Ti-6Al-4V	Acero Inoxidable 304
Resistencia a la Tracción (MPa)	450-550	900-1000	205-515
Límite Elástico (MPa)	290-345	825-965	170-275
Alargamiento (%)	20-25	10-12	40-50
Módulo de Young (GPa)	105-115	110-115	190-200
Dureza Brinell	100-120	280-320	150-200

2.2.1 Estructuras cristalinas

El titanio es un metal alotrópico, es decir posee dos estructuras cristalinas: Hexagonal compacta (HCP) que a grandes rasgos, se caracteriza por tener mayor tenacidad y la Cúbica centrada en el cuerpo (BCC) que le da una mayor ductilidad al metal.

La variación de su estructura depende de la temperatura, más concretamente el rango. El titanio puro tiene una estructura HCP a temperatura ambiente, denominada (fase α), que a los 882 °C cambia a una estructura BCC (fase β), que se mantiene hasta la temperatura de fusión a los 1670 °C. Las celdas unitarias atómicas del titanio hexagonal compacto (HCP) y el titanio cúbico centrado en el cuerpo (BCC) se muestran en la Figura 2.

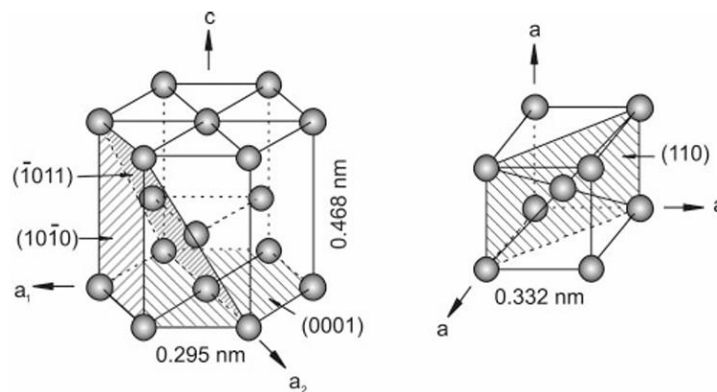


Figura 2. Estructura cristalina HCP α (izquierda) y BCC β (derecha) [1]

El cambio de una estructura a otra (transición de α - β) se denomina como transformación alotrópica. El control de esta transición permite modificar la microestructura. Las temperaturas de transformación del titanio puro se muestran en la Figura 3.

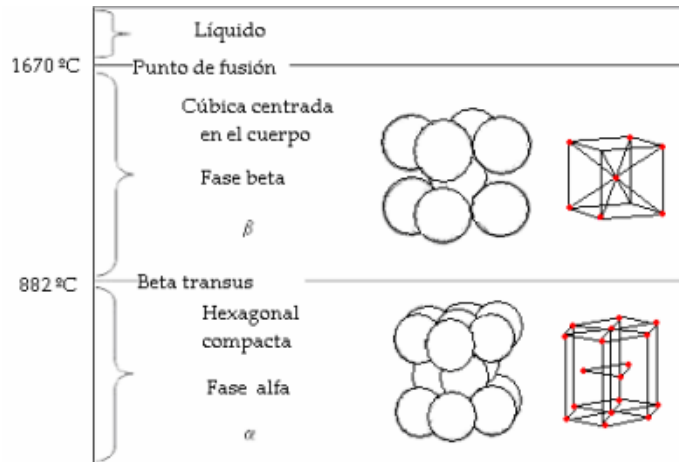


Figura 3. Estructura cristalina dependiendo de sus fases [4]

Uno de los efectos de agregar elementos de aleación al Ti, es modificar la temperatura de transformación. De esta manera, los elementos de aleación se clasifican en alfaagénicos (α) y betaagénicos (β), en la Tabla 2 podemos ver los elementos más típicos.

Alfaagénicos – Elevan la temperatura de transformación y favorecen la estabilidad de la fase α .

Betaagénicos – Hacen que la temperatura descienda y favorecen la estabilidad de la fase β .

Tabla 2. Estabilizadores en las aleaciones de titanio. [4]

Elemento de aleación	% en peso (approx)	Efecto
Aluminio	2-7	α -estabilizador
Estaño	2-6	α -estabilizador
Vanadio	2-20	β -estabilizador
Molibdeno	2-20	β -estabilizador
Cromo	2-12	β -estabilizador
Cobre	2-6	β -estabilizador
Circonio	2-8	Fortalece α y β
Silicio	0.05 - 1	Mejora resistencia a fluencia

A continuación, se describen en mayor detalle los elementos presentes en la aleación empleada:

- Alfágenos (α)

El aluminio es el principal estabilizador de la fase α , esto debido a que tiene una gran solubilidad. Los elementos intersticiales como oxígeno, nitrógeno y carbono también pertenecen a esta categoría. Además de extender el campo de la fase α a temperaturas más altas, también hay un ligero aumento de la resistencia a temperatura ambiente, junto con una excelente soldabilidad. [1]

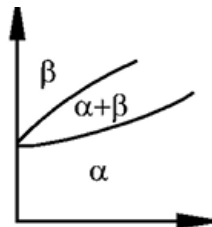


Figura 4. Diagrama de fase del Ti con un elemento alfégeno (Al, O, N, C). [1]

- Betágenos (β)

La fase beta se caracterizan por una estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC), las aleaciones con un alto contenido de fase β se caracterizan por ser muy sensibles al tratamiento térmico. Mediante un enfriamiento rápido (temple), es posible retener esta estructura BCC a temperatura ambiente, lo que permite un aumento significativo en la resistencia y tenacidad, haciéndolas ideales para aplicaciones que requieren resistencia al impacto y durabilidad. [1]

Estos a su vez se subdividen en dos tipos: Elementos isomorfos y eutécticos, los primeros como el Mo, el V y el Ta son mucho más importantes debido a que logran disolverse totalmente en la fase β . Los otros forman elementos intermetálicos. [1]

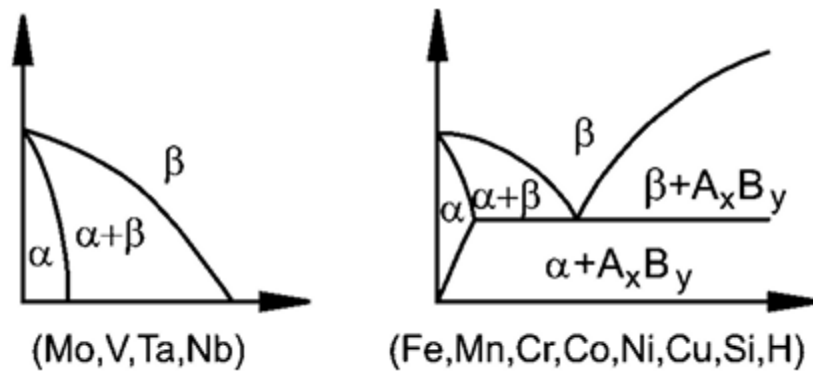


Figura 5. Diagrama de fase con betágeno isomorfo a la (izq) y eutectoide (der) [1]

Si nos centramos en el betágeno isomorfo, por la aleación que utilizamos, que tiene Vanadio como estabilizador, esto nos ayuda a reducir la temperatura de transformación, haciendo que la fase β se forme antes, lo que provoca la obtención de microestructuras más finas y uniformes tras el tratamiento térmico. Esto mejora la resistencia mecánica, la templabilidad y la soldabilidad.

De esta forma, basándonos en la presencia de estas fases, hablamos de las aleaciones de titanio como aleaciones α , β , ó $\alpha + \beta$. La Figura 6 muestra un resumen de las propiedades de las aleaciones dependiendo del tipo de éstas:

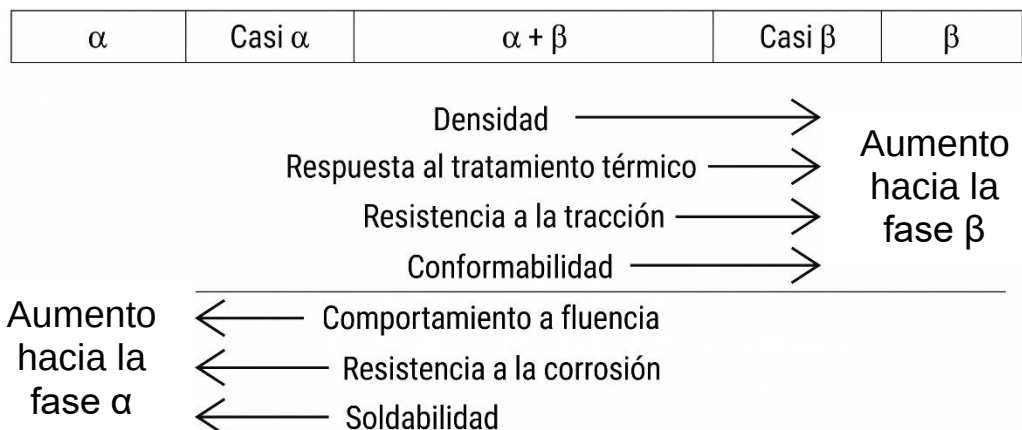


Figura 6. Diagrama de las aleaciones de Ti en función de sus estabilizadores. [4]

En nuestro estudio tenemos una aleación $\alpha + \beta$ (Ti-6Al-4V), que modifican la temperatura de transformación alotrópica:

- Al (alfágeno) $\rightarrow$ la aumenta.
- V (betágeno) $\rightarrow$ la disminuye.

Por eso al final tenemos una temperatura de transición β aproximadamente a los **995 °C**. [5]

2.3 Aleación Ti-6Al-4V

Esta aleación de titanio es una de las más usadas en la actualidad, debido a su excelente resistencia a la corrosión, pero principalmente por su gran resistencia en relación a su peso, es decir es más resistente y duro que el titanio puro, pero muy ligero.

Las aleaciones de titanio se clasifican por grados, la diferencia entre el grado 1 al 4 radica en la cantidad de elementos intersticiales que contienen (principalmente oxígeno), el grado 1 es el más puro y a medida que va subiendo el oxígeno, el grado va aumentando. El grado 5 en adelante indica que tiene otros elementos para modificar su estructura cristalina. En nuestro caso el Ti6Al4V se clasifica como un titanio de grado 5, es una aleación $\alpha + \beta$, su composición contiene un 6% de aluminio (estabilizador α) y un 4% de vanadio (estabilizador β isomorfo), también contiene otros elementos como C, Fe, O, N, pero estos tienen un porcentaje muy pequeño por lo que se consideran como impurezas, aunque el O y N si influyen en la dureza y la ductilidad del Ti. Se pueden ver con exactitud el porcentaje de impurezas que tienen las diferentes aleaciones Ti en la Tabla 3, para el Ti-6Al-4V se sigue la norma AMS 4928.

Esta aleación es la más común en el mercado, representando más del 50% de la producción mundial de titanio, donde más del 80% es consumido por la industria aeronáutica. Gracias a su ligereza y resistencia, funcionan bien en entornos extremos, ayudando a mejorar el rendimiento y la durabilidad de las aeronaves, podemos ver en la Tabla 3 que esta aleación tiene propiedades mecánicas muy altas en comparación con otras aleaciones de Ti. [6]

Tabla 3. Aleaciones comerciales Ti. [7]

Tipos de aleaciones	$\sigma_{\text{Tracción}}$	Límite elástico	Límite de impurezas, % en peso máximo				
	MPa		MPa	N	C	H	Fe
Aleaciones α y casi α							
Ti-0.3Mo-0.8Ni	480	380	0.03	0.10	0.015	0.30	0.25
Ti-5Al-2.5Sn	790	760	0.05	0.08	0.02	0.50	0.20
Ti-5Al-2.5Sn-ELI	690	620	0.07	0.08	0.0125	0.25	0.12
Ti-8Al-1Mo-1V	900	830	0.05	0.08	0.015	0.30	0.12
Aleaciones $\alpha+\beta$							
Ti-6Al-4V	900	830	0.05	0.10	0.0125	0.30	0.20
Ti-6Al-4V-ELI	830	760	0.05	0.08	0.0125	0.25	0.13
Ti-8Mn	860	760	0.05	0.08	0.015	0.50	0.20
Ti-3Al-2.5V	620	520	0.015	0.05	0.015	0.30	0.12
Aleaciones β							
Ti-13V-11Cr-3Al	1170	1100	0.05	0.05	0.025	0.35	0.17
Ti-8Mo-8V-2Fe-3Al	1170	1100	0.03	0.05	0.015	2.5	0.17
Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr	900	830	0.03	0.05	0.20	0.25	0.12

2.4 Temple

El temple es un tratamiento térmico que consiste en calentar la aleación hasta una temperatura determinada (no necesariamente por encima de β -transus) y después enfriarla rápidamente usando distintos medios de enfriamiento; como el agua, aire, aceite u otra solución.

El temple nos permite tener diferentes velocidades de enfriamiento según el medio de enfriamiento. En este trabajo se seleccionó el agua (WQ) y aire (AQ), para analizar su efecto en la microestructura y como afecta en su dureza y resistencia a la corrosión.

2.4.1 Microestructura martensítica

Esta microestructura se obtiene con una transformación sin difusión, al realizar un enfriamiento rápido se genera martensita α' , destacada por su elevada dureza y resistencia. Sin la fragilidad que presenta la martensita del acero que tiene una gran dureza, pero a la vez una fragilidad extrema, en cambio la martensita del titanio no es tan frágil siendo esta una ventaja del titanio, que eleva su dureza sin quitarle tanta ductilidad. [1]

Con esta estructura se busca proporcionar un incremento a la dureza y resistencia del Ti, esto se logra al llevar a la aleación de titanio con la que trabajamos a más de 995°C donde empieza la transformación de la fase α a la β , la fase β al tener vanadio (betágeno isomorfo) este se transforma por completo, lo que nos da al final 100% fase β (grano grueso).

Al realizar un enfriamiento muy rápido (temple) la transformación de la fase β a α es un proceso sin difusión, esto forma placas finas de martensita α' (HCP) hexagonal dentro de los antiguos granos β , dependiendo de la efectividad del temple también se puede formar martensita α'' , de estructura ortorrómbica, que tiene peores propiedades mecánicas en comparación con la martensita α' debido a que su tiempo de enfriamiento no es lo suficientemente rápida lo que da una transformación parcial desde la fase β .

Al temprar a 1050 °C se busca obtener esta microestructura, se aplicarán 2 medios diferentes de temple: en agua fría (WQ) y en aire (AQ), se espera que el WQ enfríe más rápido por lo que tendrá placas de martensita más finas que el AQ que podría ser una mezcla de martensita α' y α'' secundaria, que tiene una forma más gruesa ya que su velocidad de enfriamiento es más lenta en comparación a la α' (aunque no es un enfriamiento lento, podría haber difusión por ser un enfriamiento moderado). En pocas palabras la martensita α' tendrá mejores propiedades mecánicas en todos los aspectos en comparación a la martensita α'' .

Las microestructuras lamelares (dos fases alternadas entre sí), se forman por un enfriamiento moderado o lento desde temperaturas superiores a la temperatura de transición β . Este proceso de formación requiere difusión del Al y el V, algo que no es posible si el enfriamiento es muy rápido, como el caso del WQ.

Por lo tanto, dependiendo de la velocidad de enfriamiento desde la fase β , las laminillas se vuelven finas o gruesas, un enfriamiento rápido produce laminillas muy finas y un enfriamiento lento crea lo contrario. Esto se ejemplifica en la Figura 7, donde a una muestra de la aleación Ti-6Al-4V se enfrió lentamente en la columna izquierda y se le aplicó un enfriamiento rápido (WQ) en la columna derecha. [1]

Podemos ver en la columna izquierda de la Figura 7, microestructuras lamelares más gruesas, porque tuvo difusión lo que le dio tiempo a reacomodar sus átomos lo que nos dio láminas más anchas de fase α . Por el contrario la columna de la derecha no hubo difusión por el enfriamiento rápido, por lo que podemos ver martensita α' con su característica apariencia de agujas finas, visibles en la Figura 7b) que conforme la temperatura de mantenimiento previa al temple va bajando, hay menos fase β lo que reduce la cantidad de martensita. [1]

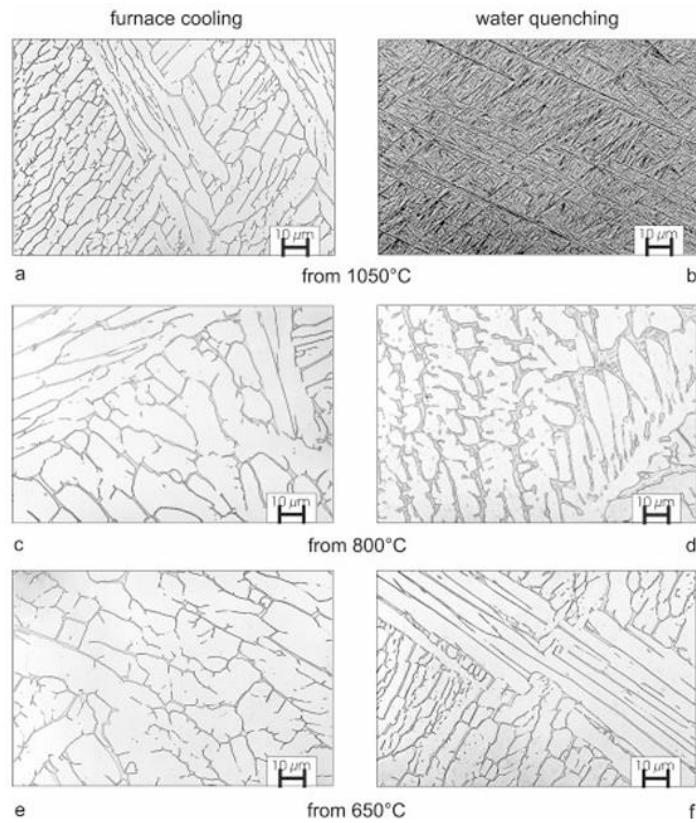


Figura 7. Microestructura del Ti-6Al-4V después de enfriamiento en horno (a, c, e); y WQ (b, d, f). [1]

Un temple rápido conduce a una transformación martensítica de la fase β , resultando en una microestructura acicular (en forma de aguja) muy fina, como se ve en la Figura 8. [1]

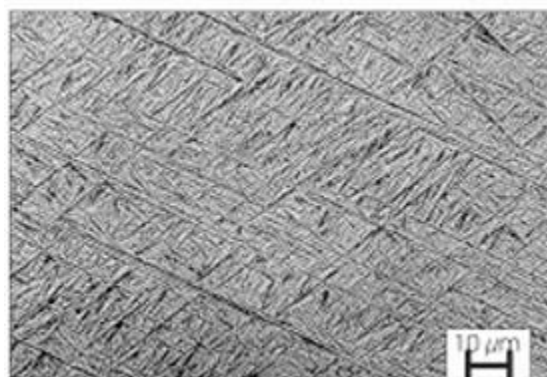


Figura 8. Microestructura de Ti-6Al-4V temple en agua a partir de 1050 °C. [1]

2.4.2 Microestructura Widmanstätten

Esta microestructura se caracteriza por ser un proceso con difusión, donde “Widmanstätten” es el término general que se usa para describir una microestructura donde la fase α comienza a nuclear en los límites de los antiguos granos de la fase β , con crecimiento hacia el interior de estos últimos en forma de láminas. La morfología, tamaño y cantidad de láminas de fase α depende de la velocidad de enfriamiento desde temperatura de transición β y del grosor de la pieza, pudiendo así clasificarla en:

- Widmanstätten α fina
- Widmanstätten α gruesa
- Basketweave

Las cuales se describirán a continuación.

2.4.3 Microestructura Widmanstätten α Fina

En esta microestructura la fase α comienza a nuclear en los bordes antiguos granos de la fase β , provocando que al final la microestructura tenga láminas muy delgadas de α que forman colonias muy pequeñas y la fase β retenida entre estas colonias.

La microestructura laminar Widmanstätten fina comúnmente se obtiene en muestras que han sido homogenizadas y laminadas previamente como se ve en la Figura 9 y son sometidas de 30-50 °C por encima de temperatura de transición β para posteriormente enfriar rápidamente la pieza en agua o con una corriente de aire fuerte. [8]

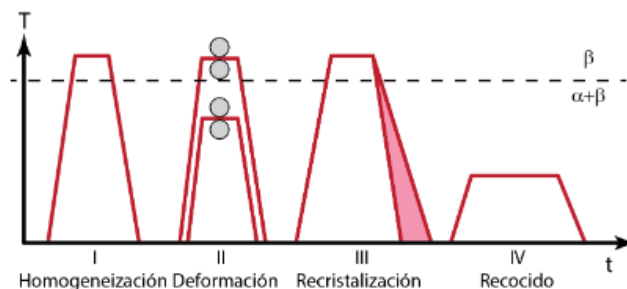


Figura 9. Proceso para microestructura Widmanstätten fina. [8]

2.4.4 Microestructura Widmanstätten α gruesa

Este tipo de Widmanstätten sucede por un enfriamiento muy lento, lo que favorece la difusión, el crecimiento de las láminas α y la formación de colonias

más grandes, lo que reduce la cantidad de bordes que se ven en la Figura 10. [9]

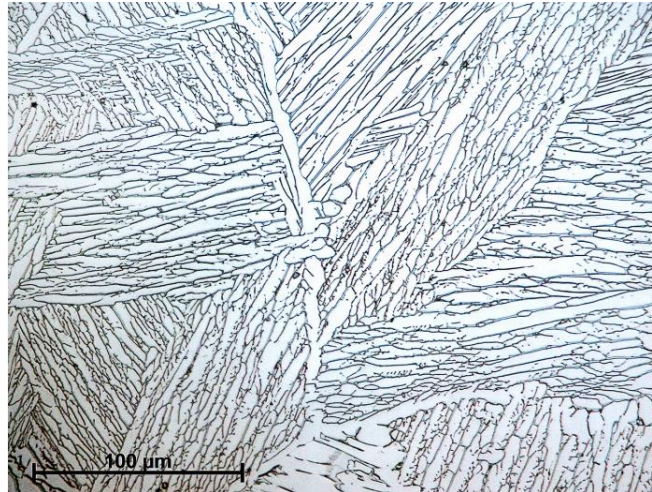


Figura 10. Microestructura Widmānstatten gruesa. [9]

2.4.5 Microestructura Basketweave

Sucede cuando se aplica un enfriamiento rápido (pero todavía hay difusión), lo que favorece un crecimiento rápido de las láminas de fase α entrelazadas entre sí, con una pequeña parte de fase β retenida en las láminas de α . Por su rápido crecimiento crea láminas finas y cortas de fase α , entrecruzadas en múltiples direcciones dentro del grano β , formando un tejido como se ve en la Figura 11, por eso también se le llama *basketweave*. Esta microestructura presenta mayor dureza y un aumento en la resistencia mecánica, aunque reduce la ductilidad. [10]

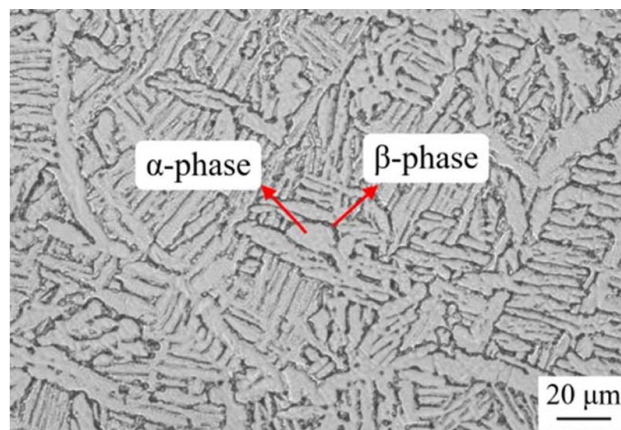


Figura 11. Microestructura de la aleación Ti-6Al-4V templado en agua. [11]

2.5 Pasivación en el titanio

La pasivación es el proceso que hace el metal cuando forma una capa delgada de óxido que protege al metal de la corrosión, bloqueando el contacto directo entre el metal y el ambiente corrosivo, algunos ejemplos son el titanio, aluminio y el acero inoxidable.

Esto a menudo se confunde con la nobleza de un metal, pero no es lo mismo, ya que un metal noble no se oxida por naturaleza propia (como el oro y el platino), no necesita esta característica de pasivación en cambio los metales pasivos si necesitan su capa de óxido estable para no seguirse oxidando.

Para nuestro caso, el titanio es altamente reactivo (alta tendencia termodinámica reaccionar con otros elementos), pero no se oxida debido a una capa de óxido natural (TiO_2) la cual se forma y se autorrepara de manera natural en presencia de oxígeno, esto lo protege de una amplia gama de ambientes oxidantes. [12]

2.6 Corrosión en titanio

Durante el inicio del siglo XXI ha surgido un gran interés por el titanio al ser uno de los metales con mayor resistencia a la corrosión, es por esta característica que es un material muy demandado en la industria, esto lo expone a entornos muy agresivos, donde otros metales no podrían soportar, es por estas condiciones extremas que existe el riesgo de que su estabilidad se vea comprometida e inevitablemente se termine corroyendo.

Debido a este interés se han realizado muchas investigaciones para averiguar como la corrosión afecta al Ti y de estas investigaciones se ha descubierto que el Ti no se corroe en la mayoría de los entornos, si no que ocurre cuando pierde su capa protectora, perder esta capa no es sencillo, sino que es consecuencia de varios factores como la temperatura, la composición iónica de la solución y el pH del entorno al que está expuesto el metal.

Entonces, la corrosión del titanio ocurre cuando se penetra, rompe o disuelve esta capa protectora, y gracias a las investigaciones se sabe que la capa puede recibir daños si se ataca químicamente con soluciones muy agresiva

como el HCl o por iones muy específicos como el Cl^- ; que también es el más común en el ambiente.

Los iones Cl^- dañan su capa protectora TiO_2 de manera muy particular, poco a poco van penetrando la protección del titanio creando vacantes de oxígeno lo que a su vez crea una acumulación de iones de Ti, teniendo como resultado final una corrosión en forma de picadura. Estos iones de Cl^- son los más comunes, están presentes en los fluidos corporales humanos, soluciones salinas y ambientes marinos, es por su abundancia que para llevar a cabo las pruebas de corrosión se aplicará una solución de cloruro de sodio (NaCl) como electrolito. [13]

2.7 Cinética electroquímica

La cinética electroquímica nos permite estimar la velocidad a la que ocurren los procesos de oxidación y reducción en un entorno corrosivo, determinando así su comportamiento y la vida útil del material.

Este apartado sustenta la aplicación de técnicas electroquímicas experimentales, estableciendo la base y relaciones matemáticas necesarias para traducir los resultados en parámetros como velocidad de corrosión y la tendencia a la pasivación.

2.7.1 Ley de Faraday

El principio de las pruebas electroquímicas radica en la ley de Faraday, la cual establece una relación directa entre la corriente que pasa por una celda y la transformación química que presentan los electrodos, esto se ve representado en la ecuación (1). [14]

$$Q = I \times t \quad (1)$$

Donde: Q = Es la carga eléctrica [Coulombs]

I = Es la corriente [Amperios]

t = Tiempo [Segundos]

Físicamente podemos usar esta ley en la corrosión ya que la corriente medida (I) es proporcional a la cantidad de material que se desprende (m). Esto

significa que al medir la corriente podemos relacionarla con la velocidad de reacción electroquímica (corrosión). Esto lo expresa la ley de Faraday con la formula (2). [10, 11]:

$$m = \frac{I \times t \times M}{n \times F} \quad (2)$$

Donde: m = Es la cantidad de metal disuelto [gr]

I = Es la corriente medida

t = Tiempo en segundos

M = Peso molecular del metal [gr/mol]

n = Número de electrones intercambiados

F = Constante de Faraday

La norma ASTM G102 (Práctica estándar para el cálculo de la rapidez de corrosión e información relacionada a partir de mediciones electroquímicas) usa la ley de Faraday para convertir la densidad de corriente (I_{corr}) a la velocidad de desgaste en (mm/año), como se ve en la ecuación (3). [16]

$$V_{corr} = 3.27 \times 10^{-3} \left(\frac{pe}{\rho} \right) (i_{corr}) \quad (3)$$

Donde: V_{corr} = Velocidad de corrosión [mm/año]

i_{corr} = Densidad de corriente [$\mu A/cm^2$]

pe = Peso equivalente (gr/eq)

ρ = Densidad del metal [gr/cm³]

2.7.2 Ley de Tafel

En 1905 Julius Tafel, estableció una relación ente la corriente y el potencial del electrodo, deduciendo de manera teórica la ecuación polarizante de un electrodo, en un sistema casi por completo reversible. Es decir, cuando la corriente suministrada es lo suficiente grande para polarizar al metal, sacándolo de su estado de equilibrio (sobrepotencial), existe una relación lineal entre el sobrepotencial η y la corriente generada ($\log i$). Esta ley se expresa en las ecuaciones (4 y 5). [17]

Para una reacción anódica: disolución del metal, donde ($i > 0$)

$$\eta_a = a + b \log i \quad (b > 0) \quad (4)$$

Para una reducción catódica (H^+, O_2 , etc.), donde ($i < 0$)

$$\eta_c = a' - b' \log |i| \quad (b' > 0) \quad (5)$$

Esto se ve representado en coordenadas semi-logarítmicas por rectas de Tafel como se ve en la Figura 12 que son tratadas a partir de las curvas reales. Las fórmulas son válidas para una corriente lo suficientemente grande, es decir para un sistema bastante alejado del equilibrio.

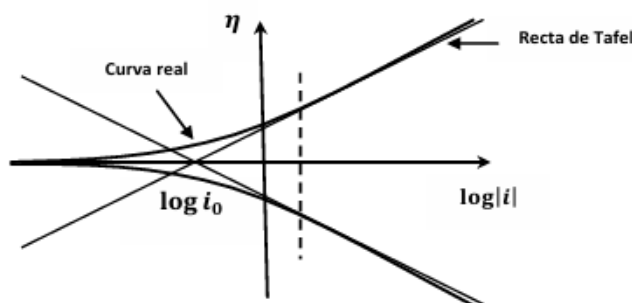


Figura 12. Rectas de Tafel. [17]

En un sistema casi reversible las reacciones anódica y catódica son inversas entre sí, idealmente el cruce de las rectas de Tafel ocurre en el eje de las abscisas para una densidad de corriente (i_{corr}) se tiene entonces la siguiente relación:

$$-\frac{a}{b} = -\frac{a'}{b'} = \log i_{corr} \quad (6)$$

Resumiendo, la ley de Tafel nos dice que si nos alejamos lo suficiente del equilibrio (donde convergen las rectas) existe una relación entre el voltaje que aplicamos y el logaritmo de la corriente.

2.7.3 Diagrama de Evans

Usualmente los datos cinéticos de los electrodos se presentan en forma de gráfica, denominado como diagrama de Evans o diagramas de potencial mixto. Estos diagramas se usan para interpretar el comportamiento electroquímico que tuvo el metal durante la corrosión.

Este diagrama, grafica el potencial del electrodo (E) contra la densidad de corriente logarítmica ($\log i$), usando las dos ecuaciones de Tafel, oxidación (ánodo) y reducción (cátodo) en una misma gráfica como se puede ver en la Figura 12. Esto permite determinar rápidamente el potencial y la densidad de corriente, al trazar un punto de intersección entre estas dos curvas de polarización. [14]

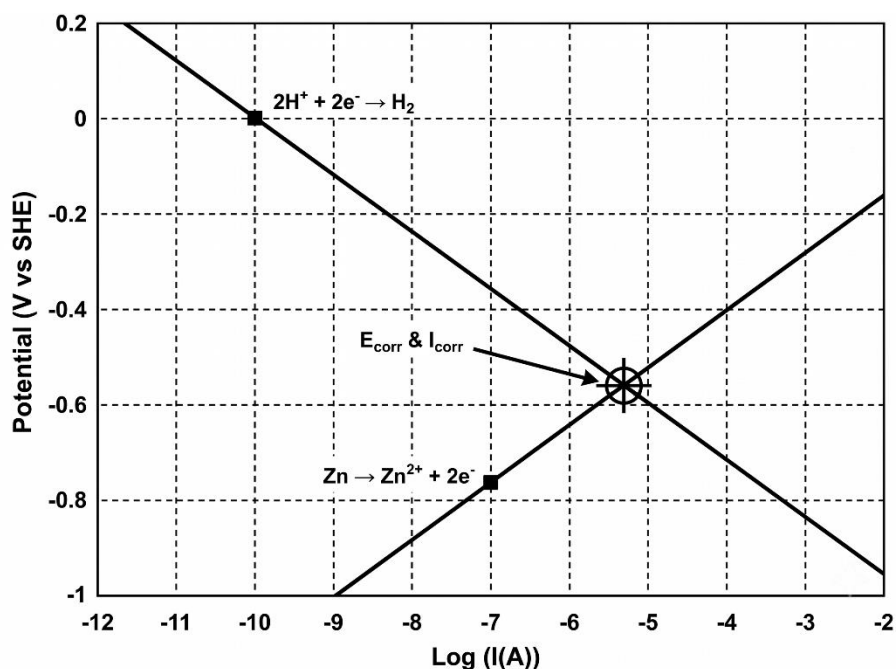


Figura 12. Diagrama de Potencial mixto. [14]

2.7.4 Potencial de corrosión (E_{corr})

El potencial de corrosión es el voltaje que adquiere un metal cuando está en un entorno corrosivo (electrolito) y no circula energía externa, para esto se usa electrodo de referencia como el de Ag/AgCl . [12]

Se determina como la intersección de los valores de potencial correspondientes a las dos ramas, donde la corriente pasa de un valor negativo en la rama catódica (reducción) a uno positivo en la rama anódica (oxidación), en este punto la corriente neta de las dos ramas vale cero. [18]

El (E_{corr}) nos indica que tan noble en un metal, es decir que tan propenso es a la oxidación. Un mayor (E_{corr}) nos indica que es menos propenso a iniciar la corrosión, aunque no significa que una vez iniciado el proceso se oxide más lento. [12]

2.7.5 Densidad de corriente (i_{corr})

Se determina como cantidad de corriente por unidad de área, lo más común es amperes por cada centímetro cuadrado (A/cm^2).

La (I_{corr}) representa la velocidad de corrosión, al igual que el potencial de corrosión (E_{corr}) se encuentra donde se juntan las dos regiones (anódica y catódica). La densidad de corriente mide el intercambio de electrones que ocurre en una muestra sin importar el tamaño de esta, esto nos indica pérdida de material, que al usar ley de Faraday podemos obtener directamente la velocidad de corrosión (V_{corr}).

Si tenemos una I_{corr} mayor, indica que el metal se destruye más rápido y para un I_{corr} menor el metal tiene una mayor resistencia a la corrosión. [14]

2.7.6 Densidad de corriente de pasividad (i_{pass})

La pasivación es el fenómeno que presentan algunos metales y aleaciones al formar una capa protectora que protege a algunos metales y aleaciones de la corrosión. Un metal que al corroerse presenta efectos de pasividad se puede dividir en tres regiones: activa, pasiva y transpasiva.

Para la región activa el metal se oxida como un metal normal no pasivable, es decir se disuelve anódicamente, aumentando la densidad de corriente junto con el potencial, hasta llegar a un punto conocido como corriente crítica de pasivación (i_{cp}) y potencial de pasivación (E_{pp}), donde el metal inicia su transición de la región activa a la pasiva.

En esta región comienza la formación de la capa protectora como se ve en la Figura 13. Esta capa actúa como una barrera física que dificulta el transporte iones reduciendo la velocidad de oxidación, es por eso que la densidad de corriente disminuye, aunque el potencial siga aumentando.

Cuando la capa protectora se forma por completo, se estabiliza lo que lo hace entrar en la región pasiva donde la corriente es baja y casi constante, a esta corriente se le denomina corriente de pasivación (i_{pass} o i_p). En la Figura 13 podemos ver este comportamiento donde la película protectora permanece y aumenta de espesor incluso cuando las condiciones de oxidación aumentan.

Hasta entrar a la región de transpasivación donde al alcanzar cierto potencial la capa protectora se desestabiliza, provocando su falla, lo que aumenta la velocidad de corrosión. [8, 14]

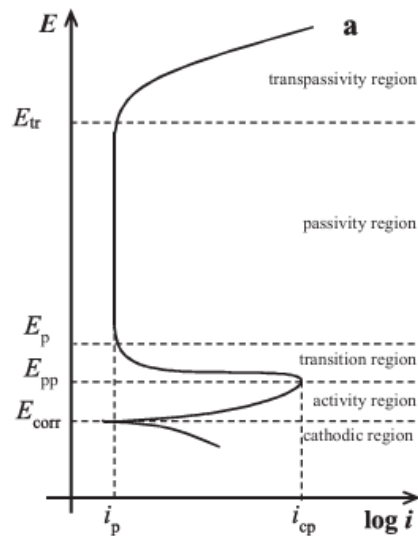


Figura 13. Curva de polarización anódica con regiones específicas [18]

A diferencia del modelo de pasividad ideal, donde la región pasiva se muestra como una línea completamente vertical, en una región pasiva imperfecta (pseudo-pasiva) la capa de óxido no es lo suficientemente estable lo que lleva a su constante disolución y regeneración.

Este comportamiento se denomina como pseudo-pasividad, ilustrado en la Figura 14, donde se ve como un aumento continuo de la corriente con el potencial, hasta alcanzar un máximo llamado potencial de transpasividad (E_{tr}) o potencial de ruptura (E_{bd}) donde también se registra la densidad de corriente pasiva máxima (i_t o $i_{p\text{ máx}}$). [18]

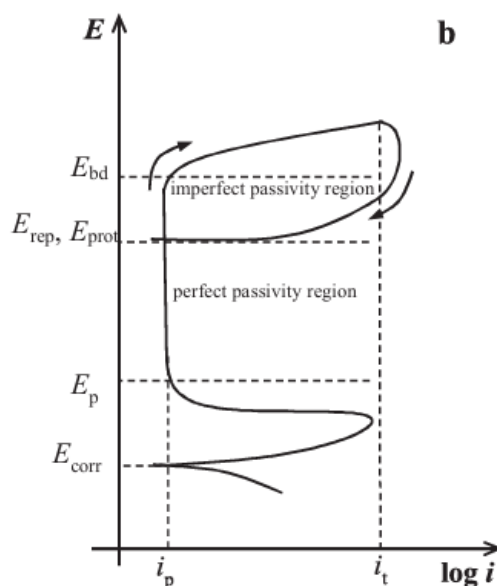


Figura 14. Diagrama de una curva de polarización cíclica con región de pasividad perfecta e imperfecta. [18]

2.8 Técnicas electroquímicas

Las pruebas electroquímicas son métodos que se basan en la teoría antes vista para poder evaluar la resistencia que tiene un metal a la corrosión. Estas técnicas nos permiten acelerar la corrosión de un metal en un medio corrosivo, obteniendo en unos pocos minutos los resultados en lugar de esperar años para ver la oxidación natural. Para esto usamos un equipo llamado potencióstato/galvanostato.

El principio de estas pruebas es la polarización de un metal, todos los metales tienen un equilibrio de voltaje que se llama potencial de corrosión (E_{corr}), las pruebas perturban este equilibrio al hacer que el potencióstato tenga un voltaje diferente al que tiene por naturaleza, esto acelera las reacciones de oxidación (ánodo) y reducción (cátodo), a su vez el mismo potencióstato mide la corriente resultante (I_{corr}). Al final obtenemos una curva de polarización potenciodinámica de la cual se pueden determinar el comportamiento que tuvo y los parámetros cinéticos de corrosión en el metal. [12]

2.8.1 Curvas de polarización potenciodinámica

Se pueden utilizar varios métodos para las pruebas de corrosión, uno de las técnicas más comunes son las curvas de polarización potenciodinámica. Estas curvas nos muestran cómo se comporta un metal cuando su potencial es forzado a cambiar. A partir de estas curvas podemos identificar procesos como la densidad de corriente de corrosión (I_{corr}), el comportamiento que tiene la pasivación, potencial de pasivación (E_{corr}), entre otros. [14]

La norma ASTM G3 (Práctica estándar para convenciones aplicables a mediciones electroquímicas en pruebas de corrosión) [20], establece una terminología para mediciones electroquímicas en pruebas de corrosión, incluyendo las características que debe de tener una celda electroquímica formada por tres electrodos:

1. Electrodo de trabajo: El metal de trabajo debe tener una preparación superficial adecuada.
2. Electrodo de referencia: Electrodo con un potencial químico constante y conocido.
3. Electrodo Auxiliar o Contraelectrodo: Permite cerrar el circuito eléctrico y hacer que la corriente fluya sin alterar al electrodo de referencia.

Siguiendo la norma ASTM G5 (Método de prueba de referencia estándar para realizar mediciones de polarización anódica potenciodinámica y potencioestática), al aplicar un barrido de potencial (voltaje) a velocidad constante mediante un potencioestado, para desplazar su potencial de corrosión y medir la corriente generada. El incremento del potencial se realiza en pasos pequeños y definidos, formando así la curva de polarización potenciodinámica. [21]

La ASTM G3 establece la terminología que se debe usar en los ensayos electroquímicos de corrosión, mientras que la ASTM G5 establece el procedimiento experimental que se debe realizar para la obtención de las curvas de polarización. [15, 16]

Usando esta gráfica podemos determinar los diferentes parámetros de corrosión. En la Figura 15 podemos ver la polarización anódica y catódica, separadas por el potencial de corrosión (E_{corr}).

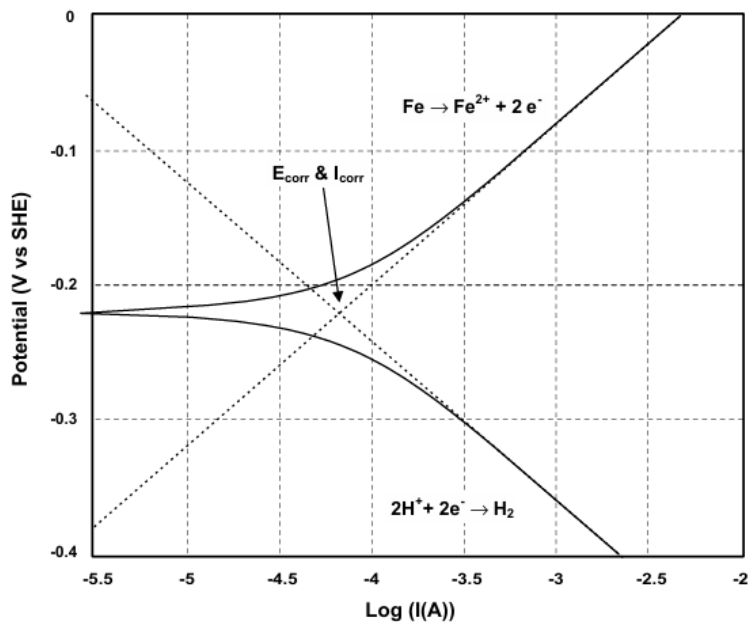


Figura 15. Curva de polarización potenciodinámica. [14]

La región catódica se ubica en la parte inferior al potencial de corrosión donde vemos como la rama de reducción se vuelve más negativa a medida que el potencial cambia. Al poner un potencial cada vez más negativo, la corriente catódica aumenta indicando una mayor velocidad en la reducción del metal, esta reacción se debe a la reducción de iones en la solución, es decir el ejemplo más común en medios ácidos es con hidrógeno. Los iones del electrolito (H^+) toman electrones del metal ($2e^-$) para convertirse en gas (H_2). (Ecuación 7) [15]



Por su parte vemos a lo largo de la región anódica la rama de oxidación se vuelve cada vez más positiva, indicando que el metal (Fe) pierde electrones ($2e^-$) y se disuelve más rápido en el electrolito. (Ecuación 8) [15]



2.8.2 Extrapolación de Tafel

Históricamente, Faraday observó que los potenciales del electrodo se desviaban de sus valores de equilibrio cuando la corriente pasaba a través de una celda electroquímica. Esta desviación se conoce como sobrepotencial (η) y se define por la siguiente relación. [15]

$$\eta = E - E_{corr} \quad (9)$$

Donde E es el potencial del electrodo medido a una densidad de corriente aplicada (potencial polarizado), y E_{corr} es el potencial de equilibrio de la semicelda (corriente neta cero). [15]

Matemáticamente, se expresa en la ecuación de Butler–Volmer, que describe tanto oxidación como reducción [17]:

$$i_{reacción} = i_0 \left\{ \exp \left(b_{reacción} \frac{Fn}{RT} \eta \right) - \exp \left[- (1 - b_{reacción}) \frac{Fn}{RT} \eta \right] \right\} \quad (10)$$

Donde: $i_{reacción}$ = Corriente anódica o catódica

$b_{reacción}$ = Coeficiente de simetría para la reacción anódica o catódica.

n = Número de electrones participantes

R = Constante de gas

T = Temperatura absoluta

F = Constante de Faraday

A valores altos de sobrepotencial (η) uno de los procesos electroquímicos domina y la ecuación de Butler–Volmer se simplifica, dando lugar a la relación lineal entre potencial (E) y el logaritmo de la densidad de corriente ($\log i$) en ambas ramas, anódica y catódica. [17]

Para la reacción anódica (positiva) se puede expresar la ecuación (10) en la ecuación (11) y su logaritmo en la ecuación (12):

$$i_{anódica} = i_0 \left[\exp \left(b_a \frac{Fn}{RT} \eta_a \right) \right] \quad (11)$$

$$\eta_{anódica} = \beta_a \log_{10} \left(\frac{i_a}{i_0} \right) \quad (12)$$

Para la reacción catódica el primer término de la ecuación de Butler-Volmer se vuelve insignificante, pudiendo así expresar i en la ecuación (13) y su logaritmo en la ecuación (14):

$$i_{catódica} = i_0 \left\{ -\exp \left[-(1 - b_c) \frac{Fn}{RT} \eta \right] \right\} \quad (13)$$

$$\eta_{catódica} = \beta_c \log_{10} \left(\frac{i_c}{i_0} \right) \quad (14)$$

Donde β_a y β_c son las constantes de Tafel o también llamadas pendientes de Tafel, pueden obtenerse experimentalmente usando gráficas de polarización, como se ve en la Figura 16. Donde la intersección de ambas rectas (catódica y anódica) en dirección del potencial de corrosión (E_{corr}), permite obtener la corriente de corrosión (I_{corr}) partir de la gráfica η contra $(\log i)$. [14]

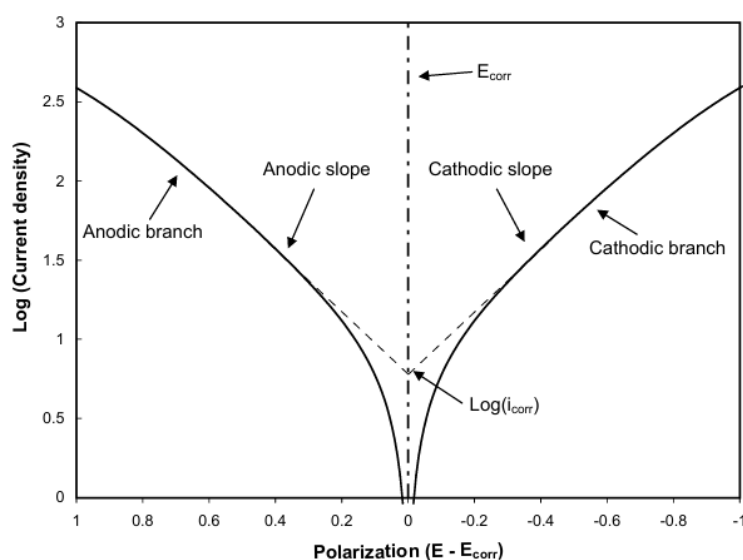


Figura 16. Diagrama de polarización para un sistema con ramas anódicas y catódicas. [14]

En este trabajo se medirá la densidad de corriente I_{corr} en (mA/m^2) , apegándonos a la norma ASTM G5. Este valor representa la velocidad natural de corrosión del metal, un valor más alto de i_{corr} indicara una velocidad más alta de corrosión y lo contrario si es más baja. [12]

La resistencia de polarización (R_p) de un material se define en la ecuación (15) como la pendiente de la curva de densidad de potencial-corriente ($\Delta E / \Delta i$) evaluada en el potencial de corrosión libre (E_{corr}). [14]

$$R_p = \left(\frac{\Delta E}{\Delta t} \right) E_{corr} \quad (15)$$

Que a su vez puede relacionarse con la corriente de corrosión mediante la ecuación de Stern-Geary (16).

$$i_{corr} = \frac{B}{R_p} \quad (16)$$

Donde B es el coeficiente de Stern-Geary, la cual se calcula con las pendientes de Tafel anódica y catódica con la ecuación (17):

$$B = \frac{\beta_a \times \beta_c}{2.303(\beta_a + \beta_c)} \quad (17)$$

De esta manera al medir la R_p podemos estimar la densidad de corriente siempre que se conozcan o se estimen las pendientes de Tafel (β_a , β_c).

2.8.3 Medición para densidad de corriente de pasivación (i_p) y potencial de ruptura (E_{bd})

Para interpretar una curva de polarización para obtener (i_p) y (E_{bd}) se usa el método semiautomático reportado por Bellezze et al [18]. Para dar mayor legibilidad al modelo matemático y garantizar que la ubicación de las tangentes trazadas en el programa no dependa de la interpretación visual del operador, se ejecuta una interfaz en el software Nova 2.1, que analiza matemáticamente las pendientes de la curva anódica. El procedimiento es el siguiente:

- 1) Primero tenemos que identificar los puntos de inflexión de la curva como el E_{corr} , el promedio de los potenciales donde la corriente cambia de signo.
- 2) Identificar el máximo local de la curva para obtener i_{cp} y E_{pp} .
- 3) Con esto seleccionar los puntos centrales de las secciones rectas, donde la curva presenta cambios de pendiente significativos, ajustando líneas rectas por el criterio de máximo factor de correlación.

$$r^2 > 0.95$$

Factor máximo de error.

- 4) Obtener el potencial de pasivación (E_p), corriente de inicio de pasivación (i_{ps}) y el potencial de transpasivación (E_{tr}) a partir de las intersecciones de dichas líneas.
- 5) Calcular i_p como el promedio de las densidades de corriente del conjunto de puntos experimentales entre E_p y E_{tr} , y definir el rango de pasivación mediante $i_{p\text{máx}}$ y $i_{p\text{mín}}$. [18]

Para validar este método semiautomático y reducir la desviación estándar por la selección manual de puntos, se repite el procedimiento 10 veces sobre la misma curva experimental, todo lo anterior se muestra en la Figura 17. [18]

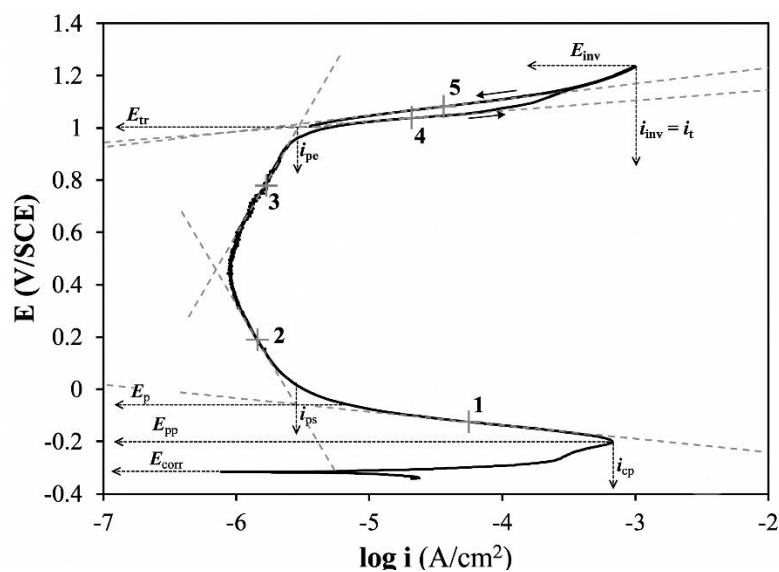


Figura 17. Construcción de líneas rectas en un diagrama de polarización. [18]

Con estas líneas trazadas obtenemos la limitación de la región pasiva, en esta región se encuentra la densidad de corriente de pasivación (i_p), que nos indicará la resistencia que tiene la capa que protege al metal de la corriente.

En curvas que muestran un comportamiento de pasividad pura como la Figura 18, la densidad de corriente de pasivación no es constante, por ello delimitamos la región con ($i_{p\text{máx}}$) y ($i_{p\text{mín}}$), con estos datos podemos obtener un promedio (i_p). Una (i_p) menor nos dice que su capa protectora es estable, lo que impide mejor la corrosión, mientras que una (i_p) mayor nos dice que la película es más inestable, dejando pasar electrones lo que permite una mayor corrosión, aunque tenga la capa protectora. [18]

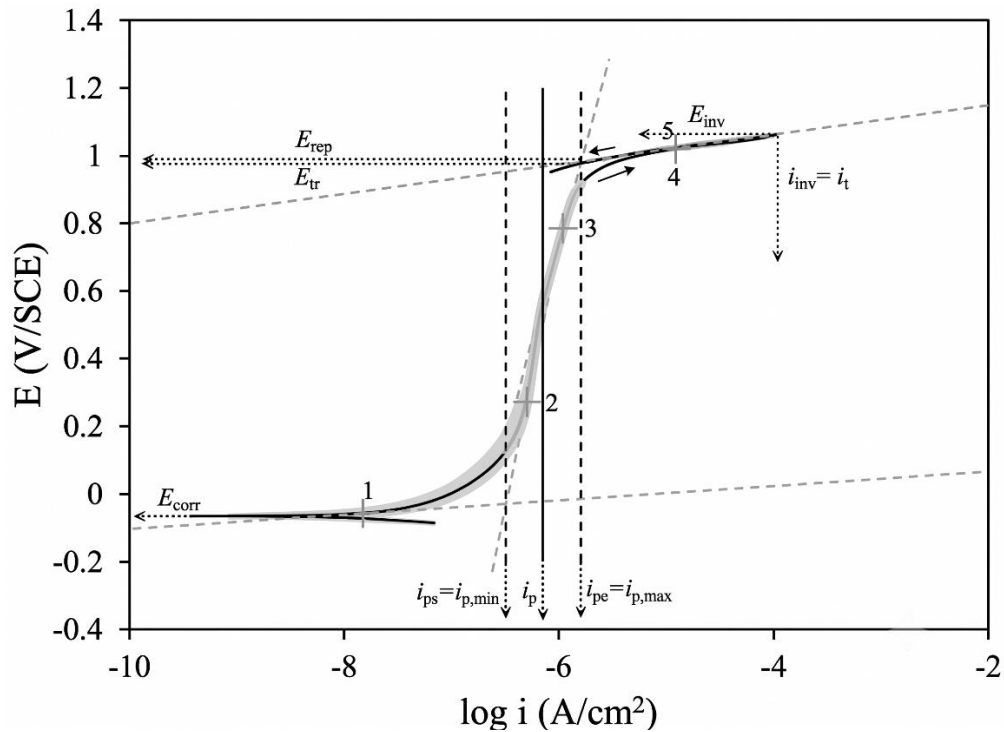


Figura 18. Curvas de polarización con pasividad pura. [18]

De manera similar obtenemos el potencial de ruptura (E_{bd}), usando las mismas rectas identificamos donde se hace el cambio de la región pasiva a la región transpasiva (región de ruptura), donde se rompe la capa protectora iniciando una corrosión más rápida. [18]

3. Metodología experimental

3.1 Corte y preparación de la muestra

El problema principal de la preparación del titanio para la observación microscópica es su alta ductilidad y su baja conductividad térmica, una característica que hace al titanio un material difícil de cortar, su deformación plástica hace que el material experimenta una mayor deformación plástica y la baja conductividad térmica dificulta la disipación del calor generado. Al cortar con discos abrasivos, se produce mucha fricción produciendo un daño térmico que altera la microestructura original de la pieza. [19]

Es por ello que para hacer más homogénea las muestras, el titanio se cortan con un disco de diamante con refrigeración por agua a una velocidad de corte constante. Las muestras se cortan a una medida de 1.5 cm de una muestra más grande de la aleación Ti-6Al-4V, como se puede ver en la Figura 19.



Figura 19. Muestras experimentales cortadas.

Se hizo la preparación de superficie mediante un proceso estándar de metalografía con un desbaste en húmedo sobre papel de carburo de silicio (SiC), el proceso de desbaste fino empezó con granulometría de P120 hasta P1000, empleando agua constantemente como lubricante y medio de barrido para evitar el empastamiento y disipar el calor (Figura 20). Posteriormente, se procedió a un pulido con paños, empleando una suspensión de alúmina (Al_2O_3) y agua destilada a 400 rpm durante 5 minutos hasta alcanzar un acabado de espejo.



Figura 20. Equipos de desbaste y pulido. Laboratorio CENISA.

3.2 Tratamientos térmicos

Para calentar las piezas se encendió la mufla (figura 21) a 1050 °C, una vez que la mufla llego a esta temperatura, una hora después se metieron cuatro piezas con acabado espejo en la mufla a 1050 °C durante una hora y media.



Figura 21. Mufla [Thermo scientific]. Laboratorio CENISA.

Se muestra el proceso detallado que se hizo para cada muestra en la Tabla 4, en ella se muestra el tiempo y el método que se usó para enfriar rápidamente.

Tabla 4. Procesos de tratamiento térmico de la aleación Ti6Al4V.

Procesos de tratamiento térmico de la aleación Ti6Al4V			
Región de fase	Temperatura	Tiempo de espera	Metodo de enfriamiento
$\alpha+\beta$	1050 °C	1.5 horas	Water-quenching (WQ)
$\alpha+\beta$	1050 °C	1.5 horas	Air-quenching (AQ)

- Temple en agua (WQ): Se introdujeron las piezas lo más rápido posible en el agua que contenía hielos a 3°C para hacer aún más rápido el enfriamiento.

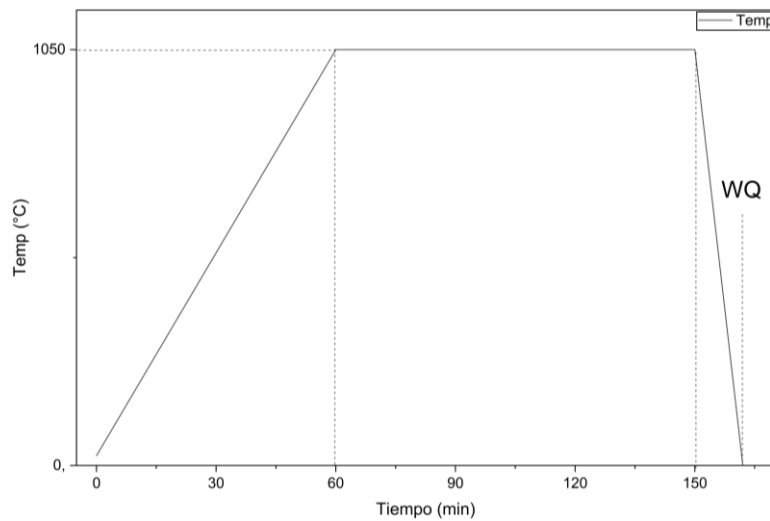


Figura 22. Piezas de titanio en agua con hielos (WQ).

- Temple en Aire (AQ): Se colocaron las piezas enfrente del ventilador con un hielo para enfriar aún más el aire.

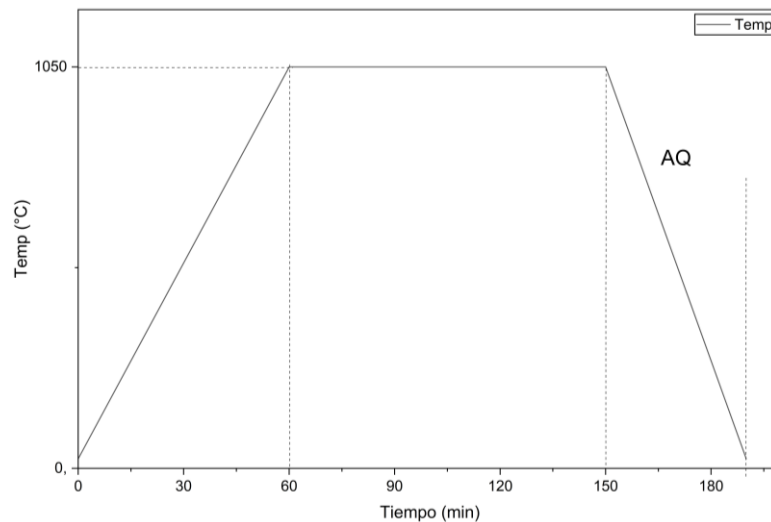


Figura 23. Piezas de titanio enfriadas por aire (AQ).

3.3 Microestructura

Para revelar la microestructura, las muestras se sometieron a un ataque químico con reactivo Kroll (100 ml de agua destilada, 2 ml de ácido fluorhídrico y 5 ml de ácido nítrico), este reactivo es el más utilizado para revelar la microestructura del titanio y está recomendado por la ASTM E407 (Práctica estándar para el microataque de metales y aleaciones). Para ello se

sumergió durante 10 segundos la muestra pulida en la mezcla Kroll; inmediatamente después se enjuagó con agua destilada y se secó con aire para evitar contaminación [22].

Una vez revelada la microestructura, se llevó al microscopio del laboratorio (Figura 24), donde se observó a diferentes aumentos ($5\times$ y $20\times$). En este procedimiento, se observó la microestructura de los diferentes temple y se comparó con la pieza en "blanco" para observar las modificaciones producidas por el temple. Se esperaba observar una microestructura de martensita en forma de agujas finas para el WQ, y para el AQ se esperaba observar una microestructura con láminas más gruesas debido a un enfriamiento más lento, se observa como las placas α crecieron dentro de los granos de la fase β . Esto se sabe por el hecho de que el agua enfría más rápido que el aire, se puede saber comparando su capacidad calorífica del agua 4.186 kJ/kg K y para el aire de 1.004 kJ/kg K , como este es mayor este absorbe mucho más calor.



Figura 24. Se observo con un microscopio Óptico (Leitz Wetzlar).

También se realizó por microscopia electrónica de barrido (SEM) con los parámetros de 15 kv a un aumento de $2500\times$ con una escala de $10\mu\text{m}$, usando el modo COMPO para resaltar la diferencia de composición de las fases y poder clasificarlas como zona oscura y zona clara. Por otra parte, se realizó una caracterización elemental por medio de espectroscopia por dispersión de energía de Rayos X (EDS) para obtener la composición química exacta de las fases presentes en la microestructura.

3.4 Microdureza

El equipo usado fue un microdurómetro de microdureza Vickers mostrado en la Figura 25, se aplicó a las placas de titanio una carga de 0.5 kg según la norma ASTM E384-22 esta carga corresponde a la escala Vickers (Hv0.5). [23]



Figura 25. Microdurómetro digital Vickers modelo HVS-1000.

El proceso consiste en hacer pequeñas muescas en las láminas pulidas con un indentador Vickers de diamante con forma de pirámide. Debe aplicarse una fuerza específica, en nuestro caso aplicamos 0.5 kgf, al ser microdureza la fuerza es pequeña. La muesca que deja tiene forma de cuadrado como se puede ver en la Figura 26, que el equipo utilizado equipo necesita las longitudes tanto en el eje X como en el eje Y, con estas longitudes el equipo calcula automáticamente el valor de nuestra dureza, para tener un resultado más seguro se realizan varias mediciones, en este caso se realizaron 30 mediciones por pieza de titanio y de ahí se sacó el promedio de la dureza.

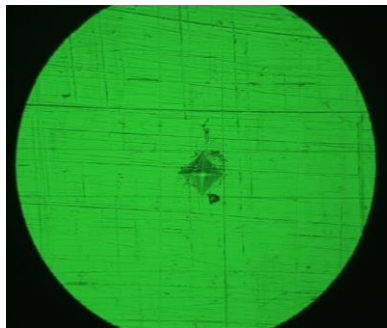


Figura 26. Vista de la muesca en el equipo de medición.

La forma en la que el microdurómetro hace el cálculo es con la siguiente fórmula de microdureza Vickers:

$$HV = 1.8544 \frac{P}{\left(\frac{D1 + D2}{2}\right)^2} \quad (18)$$

Donde:

- P es la carga en kgf,
- D1 y D2 son las diagonales en μm , de estas se obtiene un promedio.

Una demostración de cómo calcula el durómetro la dureza HV es tomando las medidas de una prueba en "Blanco", donde las diagonales marcaron D1=52.21 [μm] y D2=50.72 [μm], las cuales se introducen en la fórmula de la ecuación 18 junto con la carga aplicada (0.5 kgf) dando como resultado un valor de dureza, con el cual haremos el promedio.

$$HV = 1.8544 \frac{0.5}{\left(\frac{0.05221 \text{ [mm]} + 0.05072 \text{ [mm]}}{2}\right)^2} = 350.06 \text{ HV}$$

3.5 Curvas de polarización potenciodinámica

Para la prueba de corrosión electroquímica se obtendrán las curvas de polarización potenciodinámica a través de un arreglo de una celda con un sistema de tres electrodos, donde el electrodo de trabajo serán las muestras de titanio (Blank, AQ y WQ); el electrodo de referencia fue un electrodo de cloruro de plata (Ag^+/AgCl) y el contraelectrodo fue una lámina de grafito.

Una vez armada la celda electroquímica se agregó electrolito a $\frac{3}{4}$ partes de su capacidad. El electrólito usado fue una solución de cloruro de sodio (NaCl) al 3.5% en peso para simular el efecto corrosivo del agua de mar, la celda armada se vería como en la Figura 27.

El procedimiento experimental se realizó como lo dicta la norma ASTM G5, basándonos en la guía de configuración de la ASTM G3. [15, 16]

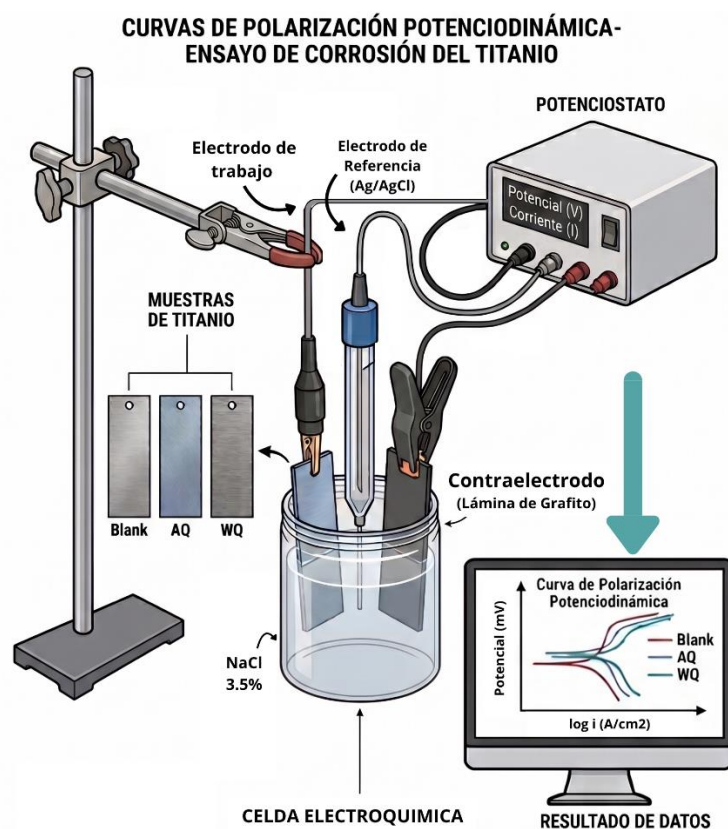


Figura 27. Esquema de la celda electroquímica para el ensayo de polarización potenciodinámica con solución NaCl 3.5%. Elaboración propia con base en [15].

Para el control del potencial y el registro de la densidad de corriente se usó un potenciostato/galvanostato visto en la Figura 28. Y para la elaboración de las curvas de polarización potenciodinámica se usó el software Nova 2.1.



Figura 28. Potenciostato/galvanostato modelo Autolab PGSTAT 202.

Todas las pruebas se realizaron con un barrido de potencial desde -0.7 a 0.5 V vs. Referencia, correspondiente a una velocidad de barrido de 20 mV/s, con un diámetro de 5.5 mm, es decir un área expuesta de 23.8 mm². Las pruebas se realizaron bajo condiciones de temperatura ambiente y presión atmosférica en Ciudad Universitaria, CdMx.

3.5.1 Procedimiento para las curvas de polarización

A continuación, se muestra el procedimiento experimental para llevar a cabo una curva de polarización, ilustrado en el siguiente diagrama:

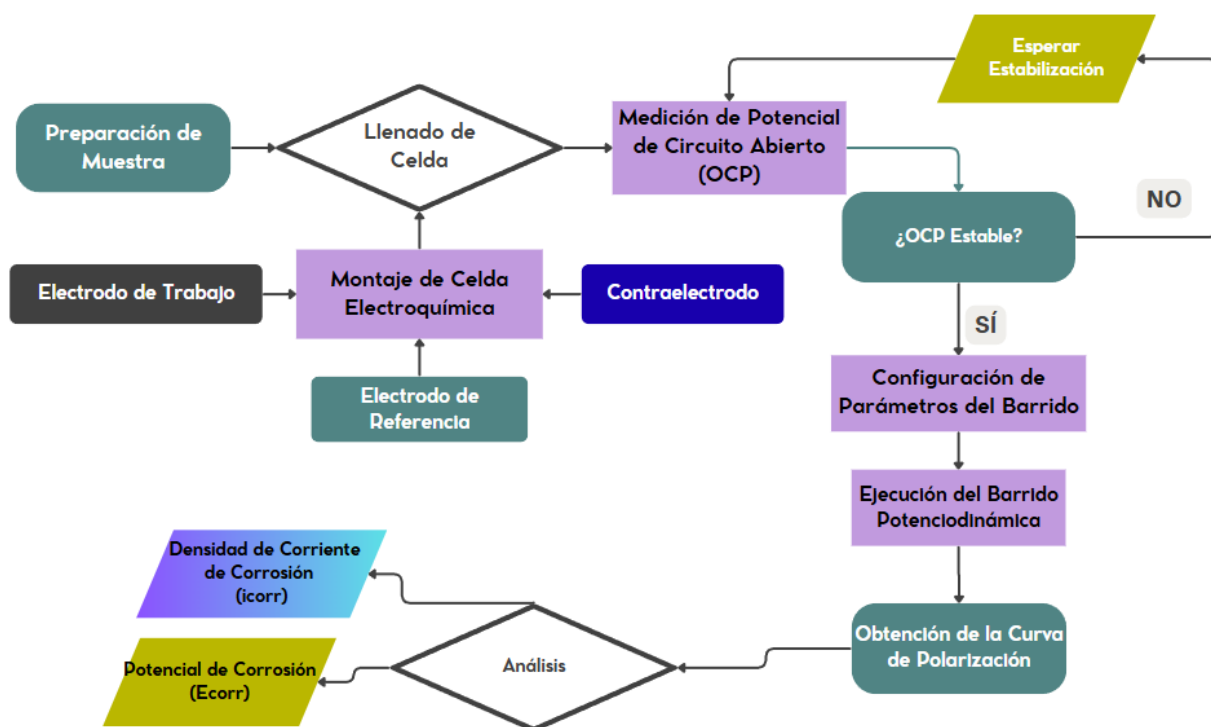


Figura 29. Diagrama de procesos de curvas de polarización.

4. Resultados

4.1 Microestructura

En este apartado se muestran las imágenes de la microestructura tomadas con el microscopio óptico. Se ha elegido para cada lámina de titanio una imagen que muestre su microestructura revelada, se muestran en un grupo de tres imágenes con un tratamiento térmico distinto para hacer

comparativas entre sí. El grupo corresponde a un aumento de microscopio de 20x. La escala está localizada en la parte inferior derecha de cada imagen, con un valor de 50 μm ó 100 μm .

- Aumento de 20x:

Al comparar las microestructuras (Figura 30) se observa claramente la diferencia que hay entre las láminas templadas (b y c) con la lámina que está en su estado comercial (a). En la Figura 30 (b y c) se puede apreciar cómo se reduce de manera significativa la distribución de las partículas de vanadio en comparación con la Figura (a) que está en toda la imagen.

Podemos apreciar como la Figura (a) presenta una microestructura equiaxial (granular $\alpha+\beta$) con granos alfa equiaxiales y fase β en menor cantidad en los límites de grano, estabilizada por Vanadio.

La Figura (b) tiene una microestructura lamelar $\alpha+\beta$, de tipo Widmanstätten, en este tipo de microestructura el enfriamiento desde la temperatura de transición β es un factor clave que influye en la extensión de la capa α y los límites de grano β . En nuestro caso, al tener un enfriamiento más lento que el WQ se formaron láminas de α más gruesas. Esto se debe a que la fase α empezó a nuclear en los bordes de grano β , esto se ve como colonias más grandes de fase α , en comparación con el temple en agua [24]. El ancho de grano de la fase α (la clara) es de 14~17 μm , mientras que la fase β (oscura) tuvo 27~50 μm .

Se aprecia como en la Figura c), no se observa una estructura acicular que indicaría la formación de martensita α' , si no que muestra una con paquetes lamelares que crecieron en diferentes direcciones. Estas colonias de láminas α crecieron en diferentes orientaciones dentro de los límites de los antiguos grano β , dando como resultado una microestructura laminar fina conocida como tejido de paja o basket-weave, tal como la mostrada en la Figura 30.

El ancho de grano de la fase α (la clara) es de 9~15 μm , mientras que la fase β tuvo un tamaño de 2~5 μm y un largo de 40~70 μm .

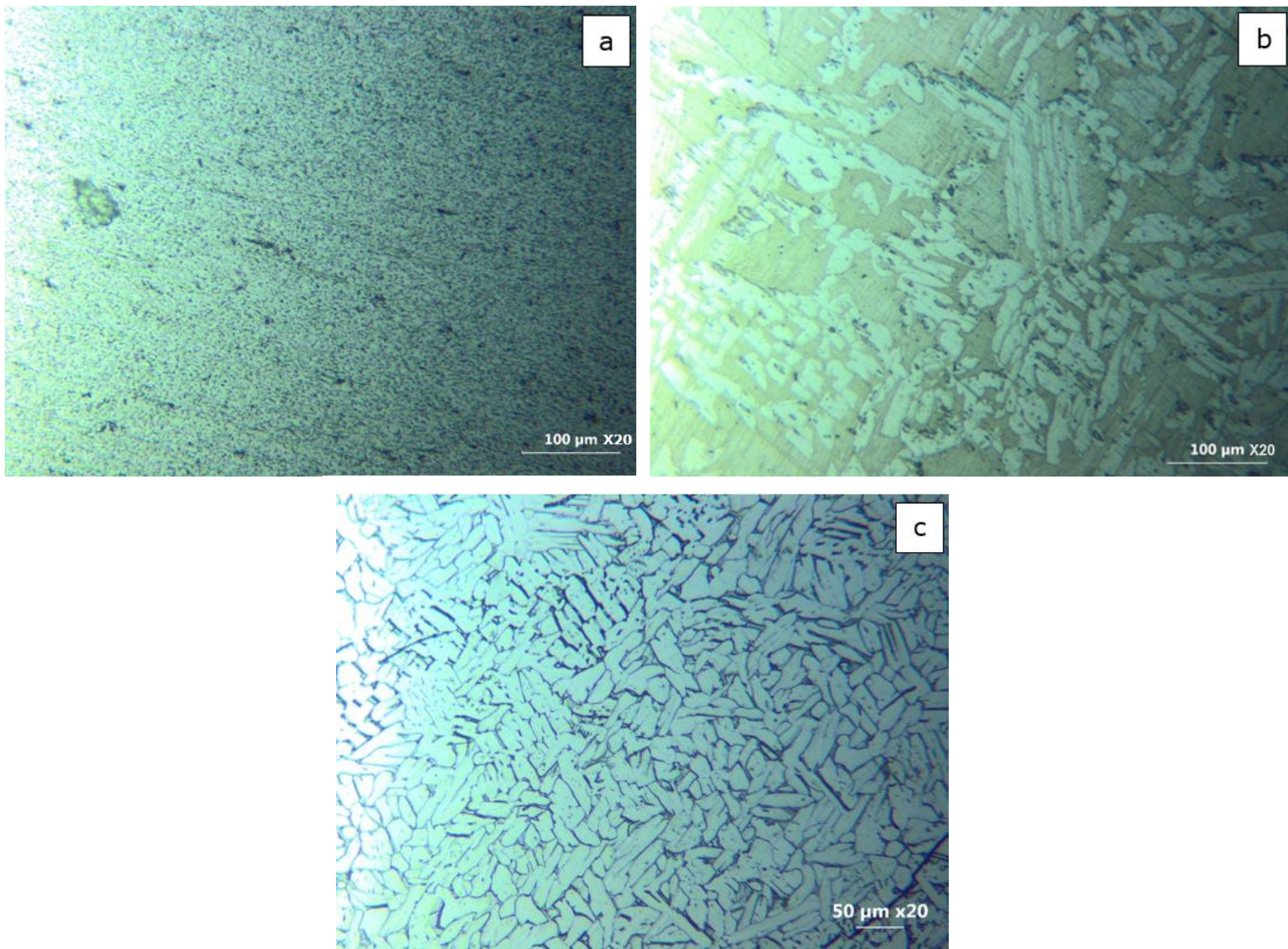


Figura 30. Imágenes de microscopía con objetivo de 20X con diferentes tratamientos: a) Sin tratar, b) Aire, c) Agua.

Se escogió la Figura 30 b) de temple de aire por su gran nitidez y su contraste entre las zonas oscuras y zonas más brillosas o blancas, para señalar las dos fases que se aprecian en la figura tomada por el microscopio óptico y así obtener la siguiente Figura 31, donde las zonas oscuras tienen menos partículas de vanadio, por lo que se sabe que estás zonas claras corresponden a Ti fase α . Por consiguiente, la otra zona más oscura corresponde a la fase β [1]. Esto también se sabe si se analiza el revelado de la microestructura y el proceso que hace que el reactivo Kroll's cuando actúa en la pieza pulida. La

fase α suele ser más resistente al ataque químico por tener una gran concentración de Aluminio, mientras que la fase β tiene mucho más Vanadio que es atacado más rápidamente lo que visualmente se ve de un color marrón oscuro. [25]

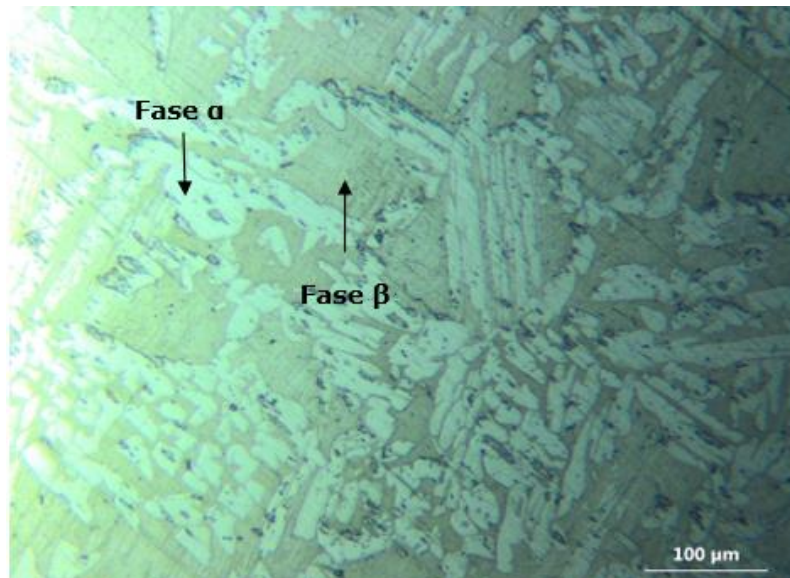


Figura 31. Imagen de temple en aire marcando sus diferentes zonas.

Para validar los resultados obtenidos, se compararon con artículos científicos que hayan realizado un procedimiento similar al presente trabajo.

Para la muestra sin ningún tratamiento térmico con el artículo científico de Feng et al. [26], se observa la pieza "Blank" (Figura 32 b) tiene una microestructura muy parecida con el artículo (Figura 32 a), la cual fue revelada con el mismo método de Kroll a una concentración más alta de ácido fluorhídrico (10% HF), la cual les permitió determinar que tiene un 96% de fase α , mientras que lo restante es la fase β , con un tamaño de grano de aproximadamente 11 μm para la fase α . [26]

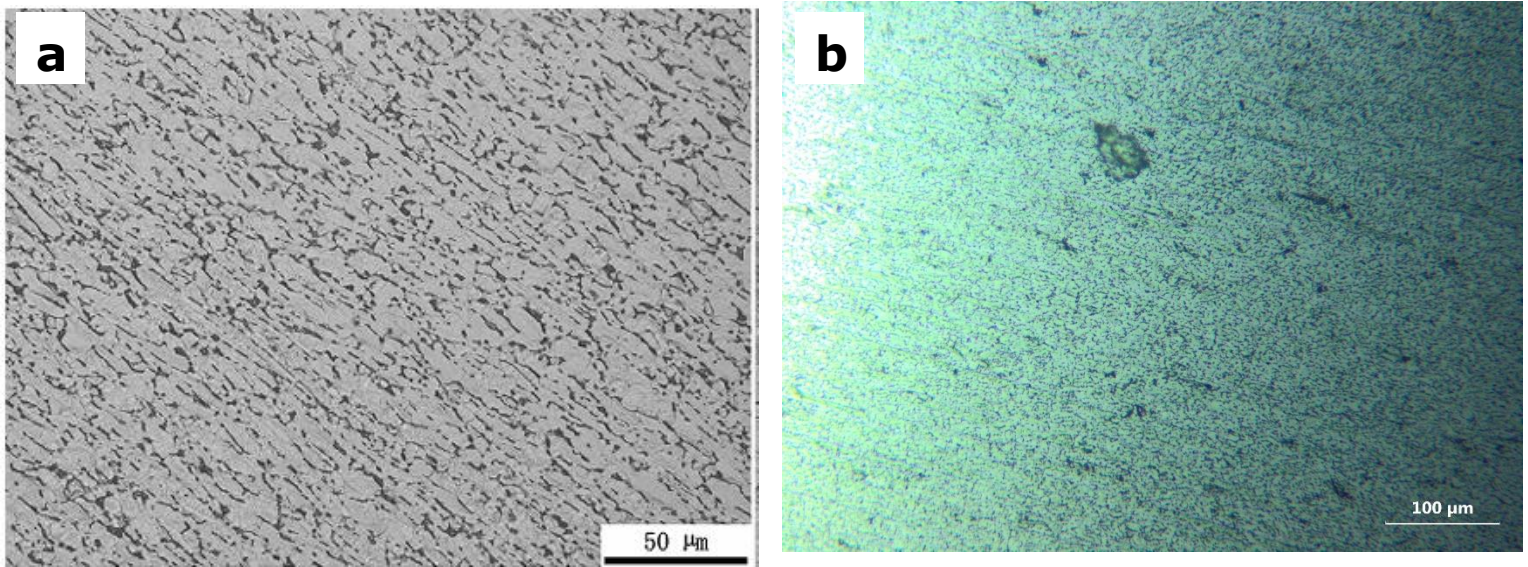


Figura 32. Microestructura de Ti-6Al-4V sin ningún tratamiento: a) obtenida por Feng et al. [26] b) elaboración propia.

Para la muestra enfriada en aire (AQ) (Figura 33 b) compararemos la microestructura obtenida con el estudio de Sugahara et al. [27] (Figura 33 a) que tiene diferencias con la mía como una mayor magnificación y el uso de gas argón para evitar la oxidación durante el tratamiento térmico a 1050 °C durante 30 minutos, después se enfrió lentamente con un rango de temperatura de 6°C/min, indicando el enfriamiento en horno y el uso de Kroll para revelar la microestructura (0.6% HF).

A pesar de la diferencia de tiempo de calentamiento, se observa que las dos microestructuras (a y b) tienen una estructura tipo Widmanstätten bifásica. Con la diferencia que nosotros (Figura 33 b) tenemos una microestructura más fina por tener un enfriamiento más rápido, a diferencia del estudio de Sugahara et al. [27] que tiene una Widmanstätten más gruesa con colonias y láminas más grandes de α .

La microestructura laminar sucede cuando se enfría moderadamente desde temperaturas superiores a temperatura de transición β , lo que permite que la fase α empiece a nuclear y crecer en los bordes del grano β .

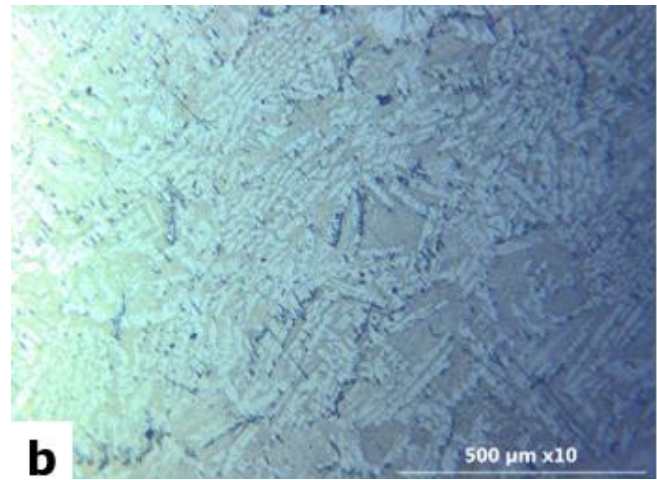


Figura 33. Microestructura de Ti-6Al-4V enfriada en aire (AQ): a) obtenida por Sugahara et al. [27] b) elaboración propia a un aumento objetivo de x10.

Para el temple en agua lo compararemos con el estudio de Ning Hou et al. [11] (Figura 34 a) al que se le aplicó un temple en agua después de estar 90 minutos a 920°C, después se realizó un envejecimiento por 120 minutos a 520°C enfriado por aire. Se reveló con Kroll (5%) su microestructura, mostrando la típica basketweave con láminas de fase α (color gris claro) con un ancho de 5 a 10 μm y los espacios negros alrededor de la fase α son fase β . Es decir, las láminas finas de fase α nuclear y crecer dentro de los antiguos granos β .

Nuestra microestructura vista en la (Figura 34 b) tuvo una morfología muy parecida a la del estudio de Ning Hou et al. [11], confirmando una microestructura basketweave por su característica principal de láminas largas de α de un espesor mayor de 9~15 μm , al tener láminas α más anchas, se observó una reducción en la dureza, pero al ser la diferencia de espesor de 5 μm no fue considerable.

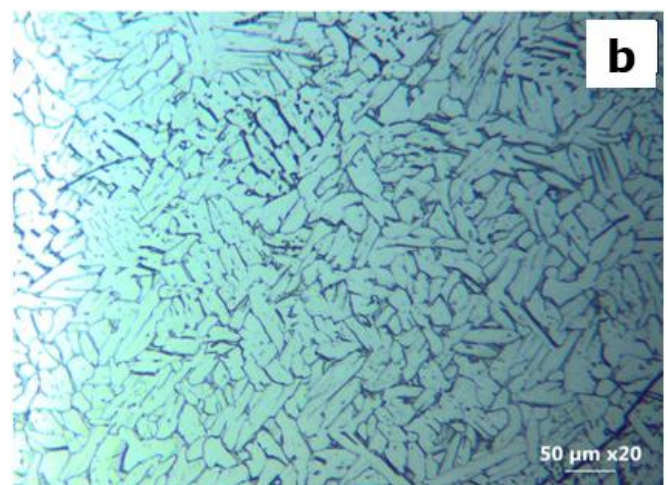
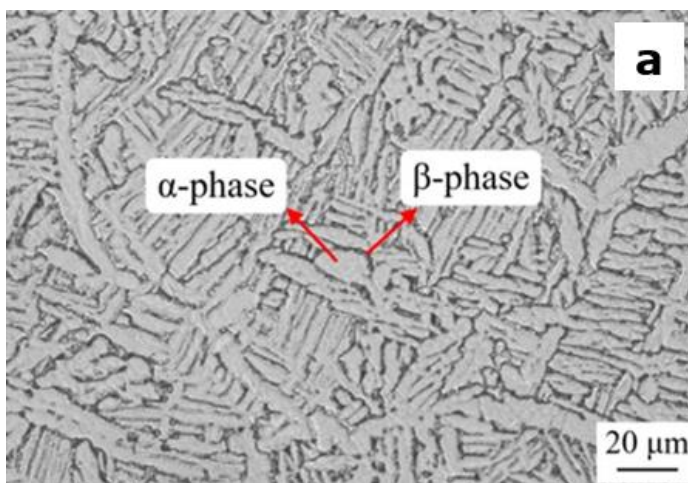


Figura 34. Microestructura de la aleación Ti-6Al-4V templado en agua. a) obtenida por Ning Hou et al. [11] b) elaboración propia con aumento de x20.

En resumen, este análisis mostró cómo los diferentes tratamientos afectaron la microestructura del material, la muestra original (Blank) tuvo una microestructura equiaxial para la fase α (HCP) y para la fase β (BCC). Esta microestructura presentó granos poligonales de mayor tamaño y sin una dirección de crecimiento específica, lo que le dio una menor dureza en comparación con los otros tratamientos térmicos.

Por otra parte, al realizar el temple en agua (WQ), el titanio presentó una microestructura basketweave fina, las láminas α presentaron cambios de orientación entre cada colonia, lo que proporcionó una mayor resistencia al movimiento de las dislocaciones. Estos cambios de orientación no crecieron en direcciones aleatorias, sino que nuclearon y crecieron a lo largo de planos cristalográficos de la fase β .

La muestra templada en aire (AQ) presentó una microestructura lamelar tipo Widmanstätten gruesa bifásica ($\alpha+\beta$), al permitir un enfriamiento más lento desde la temperatura de transición β , la fase α nucleó y creció dentro del grano β . Esta velocidad de enfriamiento favoreció el crecimiento de placas α en lugar de una nucleación masiva, dándole el tiempo suficiente para que los elementos de la aleación se separaran, como el Al en la fase α y, en una mayor cantidad en comparación con el WQ, el V en la fase β , resultando en una mezcla más gruesa en comparación con el temple en agua.

Para profundizar en el estudio microestructural, se realizó la caracterización por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM).

4.1.1 Microestructura revelada por SEM

Se obtuvieron las siguientes imágenes (Figura 35) con un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) con un voltaje 15 kV, para cada muestra etiquetada anteriormente a un aumento de 2500x y una escala de 10 μm . Las micrografías se obtuvieron por el detector de electrones retro-dispersados (COMPO) que permite ver a diferente brillo los elementos que componen las diferentes fases, permitiendo clasificarlas como zona oscura y clara. Los elementos más pesados o también dicho (con un número atómico más alto)

se ven más claros, por eso el Vanadio se ve más claro y el Aluminio más oscuro.

La Figura 35 (a) corresponde a la muestra blank, en ella podemos visualizar las partículas de la fase β (clara) dispersas por todo el límite de grano de la fase α (oscura). Esto es característico de las aleaciones de Ti bifásicas $\alpha+\beta$, en su estado de suministro (recién adquirido del productor) [28].

En la Figura 35 (b) correspondiente a la pieza templada en aire (AQ) tenemos en la fase clara (fase β) una formación acicular (agujas de martensita) identificable por su estructura caótica que crecen en múltiples y distintas direcciones, lo que indica que la velocidad de enfriamiento fue lo suficientemente rápida para formar martensita, con un espesor promedio de $0.5\ \mu\text{m}$. Durante el enfriamiento desde la región de transición β , la zona oscura (fase α) nuclea en los bordes de la fase clara (fase β) y empieza a crecer hacia dentro en forma de placas, la microestructura la clasificamos como como lamelar tipo Widmanstätten gruesa ($\alpha+\beta$) con martensita.

La pieza templada en agua (WQ) se muestra en la Figura 35 (c) donde se observa una Widmanstätten muy fina, con una textura tipo “huella dactilar” en las colonias de placas α (zona oscura), entre cada colonia hay cambios de orientación, lo que le da una mayor dureza al restringir los movimientos de las dislocaciones. Estas colonias están formadas por láminas finas de fase α que permanecen paralelas creciendo dentro del grano β , lo que nos da una microestructura laminar tipo Widmanstätten fina.

La ausencia de martensita α' y α'' en un enfriamiento tan rápido como el agua a 3°C nos indica que tuvimos un enfriamiento moderado, incapaz de alcanzar la velocidad crítica para formar martensita, transformando así β en $\alpha+\beta$, con placas muy finas de α en lugar de martensita. Esto es posible debido al grosor de la pieza que no alcanzo el gradiente térmico adecuado.

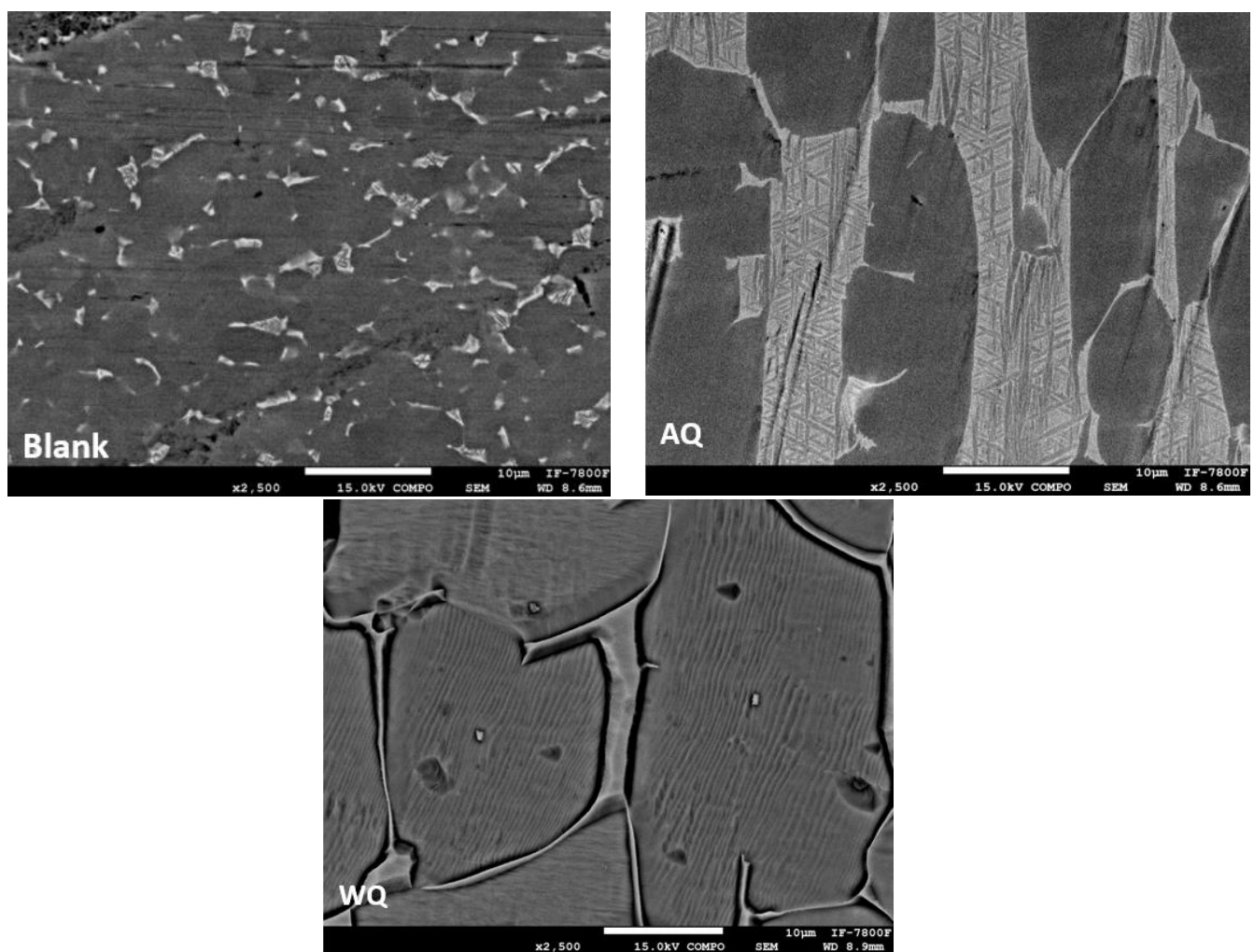


Figura 35. Microestructura observada mediante SEM: a) Blank b) AQ c) WQ

La composición química de la fase α y β se cuantifico con espectroscopía de rayos X por dispersión de energía (EDS) acoplada al SEM, de este modo nos permitió clasificar la zona clara como la fase β que es la fase que contiene la mayor parte del elemento estabilizador V y la fase α que contiene una mayor parte de Al es la zona oscura. Estos datos se ven agrupados en la Tabla 5.

Tabla 5. Análisis EDX de la muestra Ti-6Al-4V.

	Fases	Elementos	Atomic %
Blank	Fase α	Al	6.6
		V	7.35
	Fase β	Al	3.6
		V	13.9
AQ	Fase α	Al	6
		V	2.5
	Fase β	Al	5.6
		V	6.5
WQ	Fase α	Al	6.2
		V	-
	Fase β	Al	6
		V	11.5

En conclusión, se observaron las diferentes fases por medio de SEM que muestra la microestructura, pudiendo confirmar que las zonas claras corresponden a la fase β por el Vanadio, mientras que la fase α es la zona más oscura debido a que contiene Aluminio. Se aprecian los efectos de temple según la concentración de Vanadio en la fase clara de la pieza templada en agua (WQ) a 11.5 at.% de V, en comparación a la muestra enfriada en aire (AQ) con un 6.5 at.% que es aproximadamente la mitad, indicando que se realizó un enfriamiento más rápido al retener una mayor cantidad del estabilizador Vanadio.

Comparando las micrografías obtenidas por el SEM con otros artículos para comprobar si los resultados son similares.

Al comparar la muestra blank con el artículo dirigido por Elshaer et al. [28] que aplicaron SEM a la aleación Ti-6Al-4V, se pudo apreciar en las (Figuras 36) una microestructura equiaxial muy parecida, cabe aclarar que la Figura 36 a) es clasificada como *as-annealed* (recocido), pero es como se recibió del proveedor y el término recocido hace referencia al proceso de fabricación que se hace a estas láminas de Ti durante su proceso de conformado.

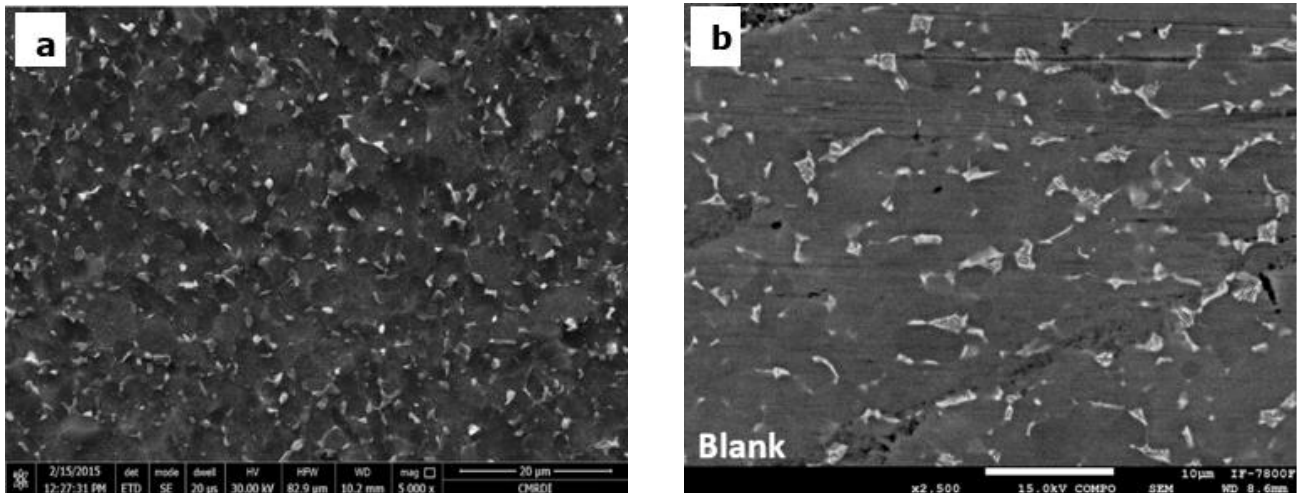


Figura 36. Microestructura obtenida por: a) Elshaer et al. [28] b) Blank.

Compararemos la muestra AQ vista en la Figura 37 b) con la microestructura obtenida por el artículo de Pinke et al. [29], mostrada en la Figura 37 (a)

correspondiente a la misma aleación Ti-6Al-4V, con un calentamiento térmico a 1050 °C por 1 hora con un enfriamiento de aire (AQ), posteriormente se realizó un envejecimiento a 550 °C durante 4 horas.

En la Figura 37 (a) podemos ver una microestructura lamelar bifásica Widmanstätten como la nuestra con la excepción que en el artículo de Pinke et al. [29] no se observa la martensita en la muestra obtenida, porque su proceso de enfriamiento fue más lento por eso no se formó martensita, el envejecimiento no afectó en este resultado.

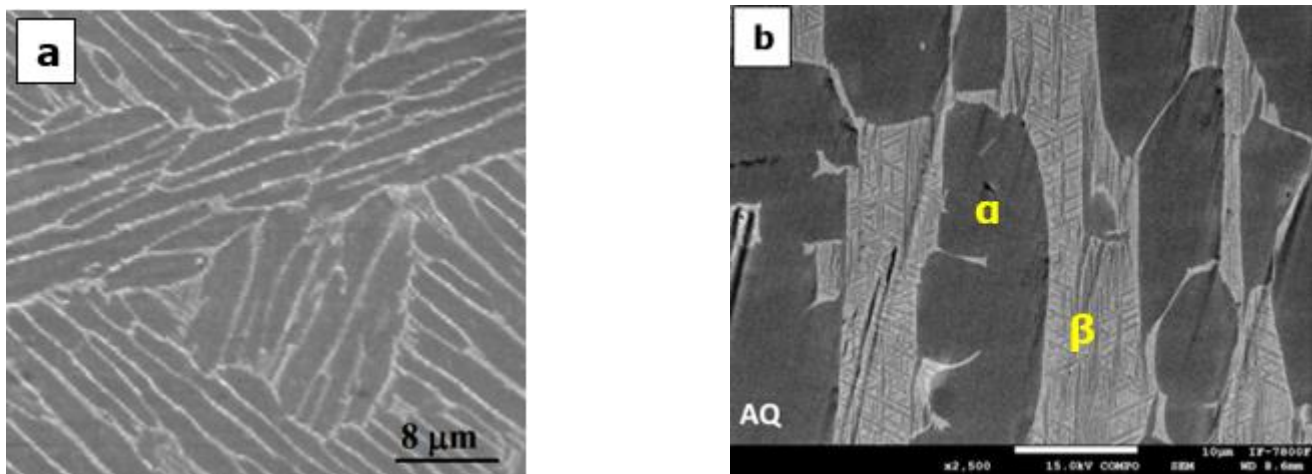


Figura 37. Microestructura obtenida por: a) Pinke et al. [29] b) AQ.

Para comparar la muestra WQ usaremos el estudio de Suproboa et al. [30] mostrado en la Figura 38 a) esta figura de SEM tiene una magnificación de x5,000 (siendo el doble que la nuestra). En el estudio de Suproboa et al. [30] se realizó un tratamiento de solución de doble etapa (DSST) calentándose a 1050 °C durante 30 minutos para posteriormente darle un baño de sales a 850 °C por otros 30 minutos para después temprar rápidamente en agua, esto le dio una microestructura compuesta por dos fases, la fase masiva (α_m) y la fase α lamelar, esta última es en la que podemos apreciar en la Figura 38 a) estas láminas paralelas muy finas de aproximadamente 0.6 μm de grosor, muy similar a la nuestra con espesor de 0.2 μm .

La Figura 38 b) corresponde al trabajo experimental realizado por el sustentante, a pesar de tener una magnificación menor la microestructura es muy similar, siendo la mayor diferencia que la fase β (zona clara) es mucho menor, indicando menor difusión, esto tiene coherencia al saber que a mayor

tiempo en el horno hay mayor difusión, lo cual corresponde a las características de la Figura 38 a). En conclusión vemos una microestructura lamelar bifásica donde las láminas de α son paralelas agrupadas en colonias, entre cada colonia la orientación cambia (en los límites de grano β previo).

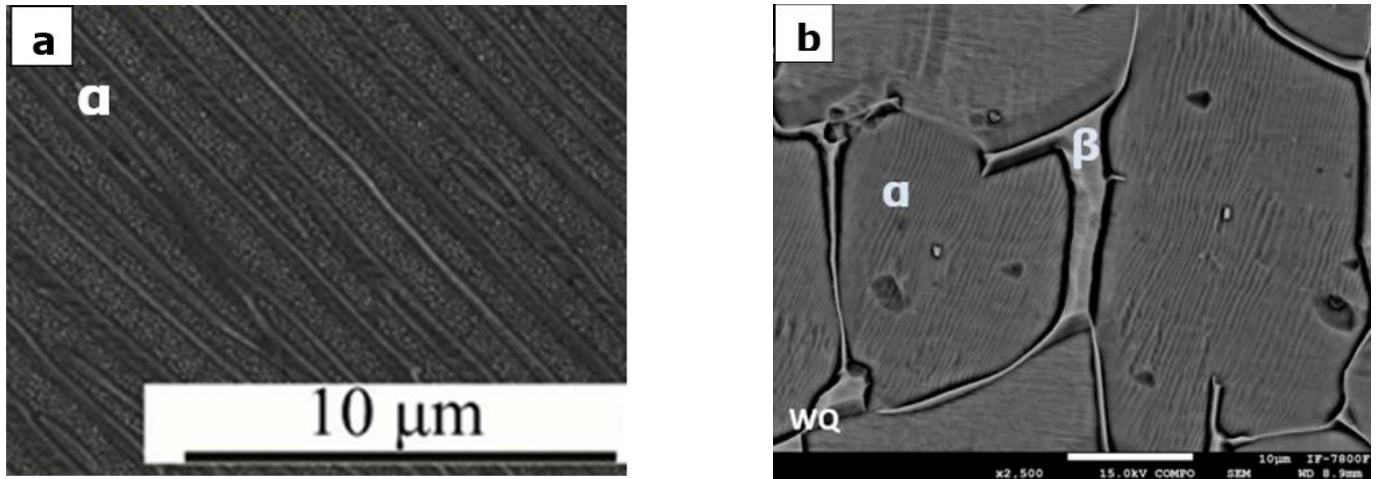


Figura 38. Microestructura obtenida por: a) Suproboa et al. [30] b) WQ.

4.1.2 Análisis termodinámico del temple: velocidad de enfriamiento y porcentaje de la fase martensítica

La velocidad de enfriamiento se visualiza en el diagrama CCT (figura 39), en el identificamos la trayectoria de enfriamiento esperada y con ella podemos predecir qué tipo de microestructura se forma dependiendo de la velocidad de enfriamiento.

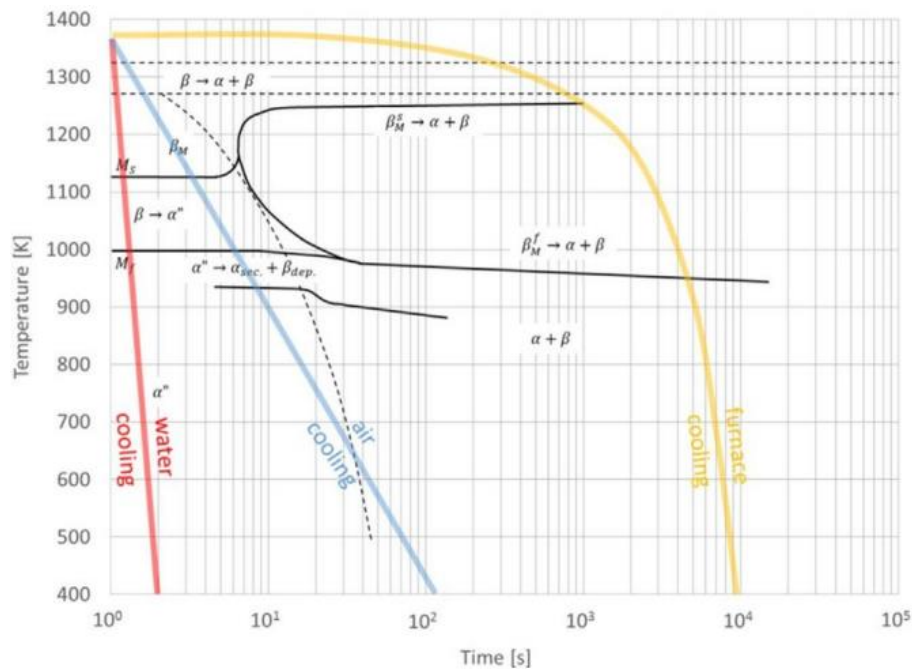


Figura 39. Diagrama de transformación por enfriamiento continuo (CCT) para Ti6Al4V. [31]

Como WQ tuvo una velocidad promedio de enfriamiento muy grande, consistente a la trayectoria de la línea roja (Water Cooling) de la figura 39; siendo casi una línea completamente vertical, indicando la formación de martensita α' y esquivando la zona de difusión.

El AQ tuvo una velocidad promedio de enfriamiento de 35 °C/s, más lento en comparación al WQ de 349 °C/s, en la figura 39 la línea azul (Air Cooling) cruza la zona marcada como $\alpha + \beta$ lo que nos confirma que a esta velocidad de enfriamiento se forma una fase bifásica Widmanstätten. Para calcular la fracción volumétrica de las microestructuras para ambos temples se usarán ecuaciones. Para WQ se usa la ecuación de Koistinen-Marburger, esta ecuación se usa en difusión nula, caracterizada por la formación de martensita α' y para AQ se usará la ecuación JMAK (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov), esta se da en un enfriamiento lento, permitiendo la difusión atómica, formando microestructuras tipo Widmanstätten. [32]

El desarrollo de estas ecuaciones se muestra en el Anexo 2.

Ecuación JMAK

El Ti6Al4V tiene diferente microestructura debido a la tasa de enfriamiento de cada tratamiento térmico, para una tasa lenta como el enfriamiento en aire permite formar $\alpha+\beta$ mientras que al enfriar rápidamente se genera $\alpha''+\beta$ donde β está en la frontera de grano.

Para enfriamiento en aire se usa JMAK:

$$\rho C_p(T) V \frac{dT}{dt} = -h A_s \cdot (T_{sup} - T_{medio}) + \Delta H_{\beta \rightarrow \alpha} \rho V \frac{dx}{dt} \quad (A.10)$$

- ρ : Densidad de la aleación Ti6Al4V
- $C_p(T)$: Calor específico
- $k(T)$: Conductividad térmica
- $\Delta H_{\beta \rightarrow \alpha}$: Cambio de entalpía durante el cambio de fase β a α
- T_{sup} : Temperatura instantánea en la superficie exterior de la muestra
- T_{medio} : Temperatura del medio de enfriamiento (Temp ambiente)

Usando esta ecuación podemos obtener una gráfica donde nos indica la transformación que tiene la pieza templada en aire, visualizada en la figura 40. La línea roja nos indica la temperatura de la placa desciende de manera continua desde 1050°C, la línea azul nos indica la transformación de la fase α con el tiempo. La línea azul se estabiliza al 74% de la fase α y por consiguiente un 26% de fase β retenida.

Esto concuerda con la trayectoria de enfriamiento rápido en el diagrama CCT visto en la figura 39 que indica la obtención de Widmanstätten con un temple en aire a 15°C (34.5 °C/s). Con este porcentaje también aporta un mejor balance de propiedades, al tener una mayor cantidad de fase β , mejora la ductilidad.

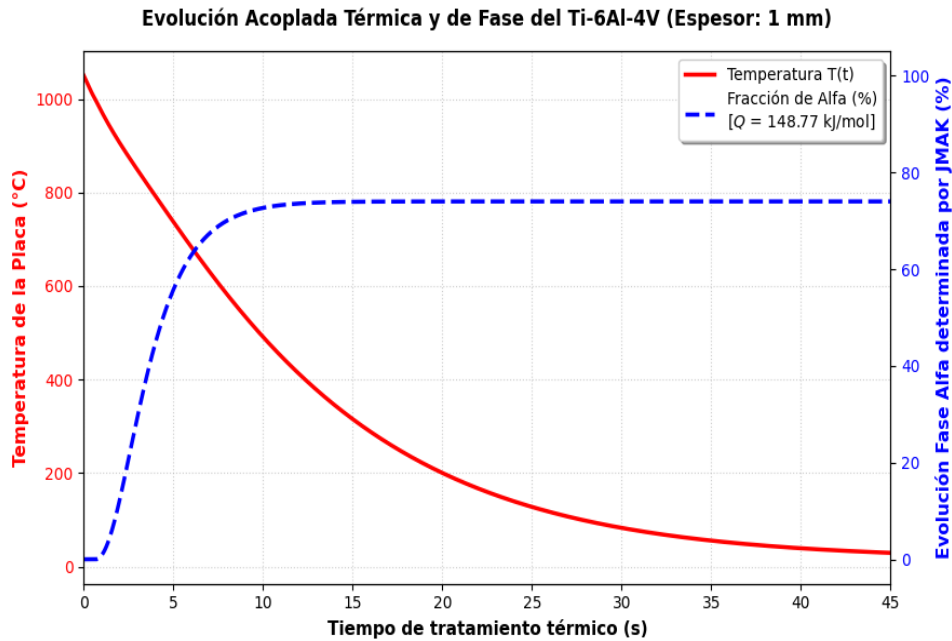


Figura 40. Cinética de transformación por enfriamiento continuo utilizando el modelo JMAK para Ti6Al4V.

Ecuación de Koistinen-Marburger

$$X_{max} - f = X_{max} \cdot \exp(-\alpha_m(M_s - T_f)) \quad (B.8)$$

- f = Fracción volumétrica de martensita transformada.
- T = Temperatura instantánea de enfriamiento.
- α_m = Constante de velocidad empírica de Koistinen – Marburger.
- X_{max} = Fracción máxima de martensita que se puede formar.

Usando la ecuación (B.8) obtenemos la figura 41, en esta gráfica vemos la pieza WQ. Aquí la línea roja indica la formación de martensita α' , tras cruzar los 600°C. La línea azul nos indica como disminuye la formación de fase β conforme la temperatura desciende, por consiguiente nos indica el aumento de martensita conforme la temperatura asciende.

Al llegar a los 3°C con una temperatura promedio de enfriamiento de 349 °C/s, obtendremos una composición de 96.44 % de martensita α' y una menor cantidad de fase β de 3.56%. Esta velocidad de enfriamiento tan rápida inhibe por completo la difusión atómica y concuerda con la trayectoria de enfriamiento rápido en el diagrama CCT.

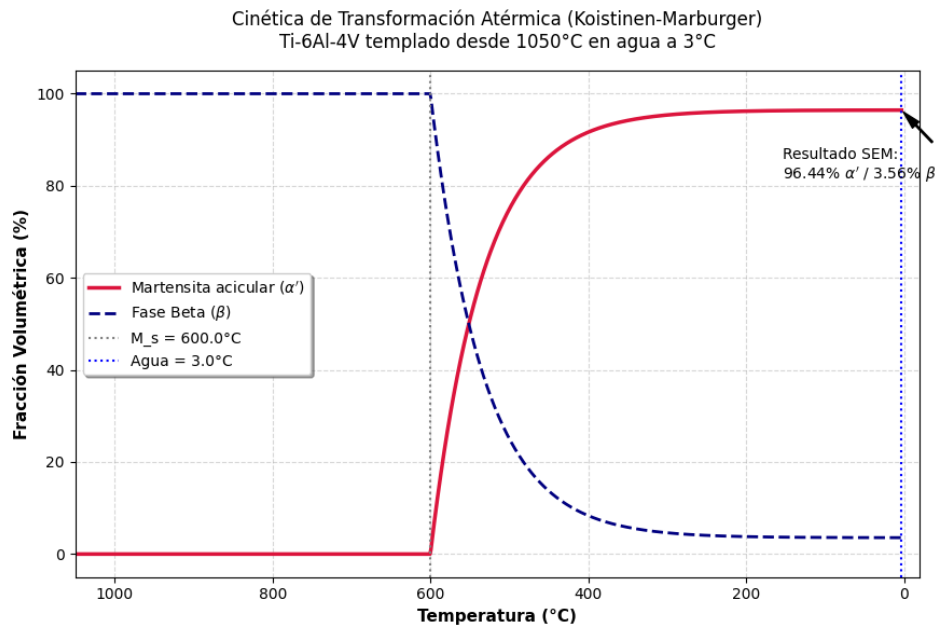


Figura 41. Cinética de transformación por enfriamiento rápido utilizando el modelo Koistinen-Marburger.

4.2 Microdureza Vickers

Los resultados de las mediciones de microdureza, representados como valores medios más desviación estándar se muestran en el Figura 42 como se puede observar, la dureza del Ti-6Al-4V aumenta con el tratamiento térmico.

El Ti-6Al-4V tiene una microdureza aproximada de 330-400 HV, este valor lo cumple nuestra muestra a la que no se le realizó ningún tratamiento teniendo un rango de 350-377.9 HV (0.5 kgf), así que nuestras mediciones de microdureza fueron correctas. [6]

Se puede ver en la Figura 42 la pieza que tuvo una mayor dureza fue la templada en agua (WQ) con 614.925 HV, resultó en la dureza promedio más alta. El temple en agua presenta una desviación estándar mucho mayor (± 29.728 HV), lo que indica una mayor dispersión en las mediciones de dureza para esta condición, con un valor mínimo de 585.19 HV y un máximo de 644.653 HV. En comparación el temple en aire tuvo un valor promedio de 565.348 HV, esta dureza Vickers es menor que la del temple en agua, pero su

desviación estándar fue también menor de 19.661 HV, con un valor mínimo de 545.687 HV y un máximo de 585 HV.

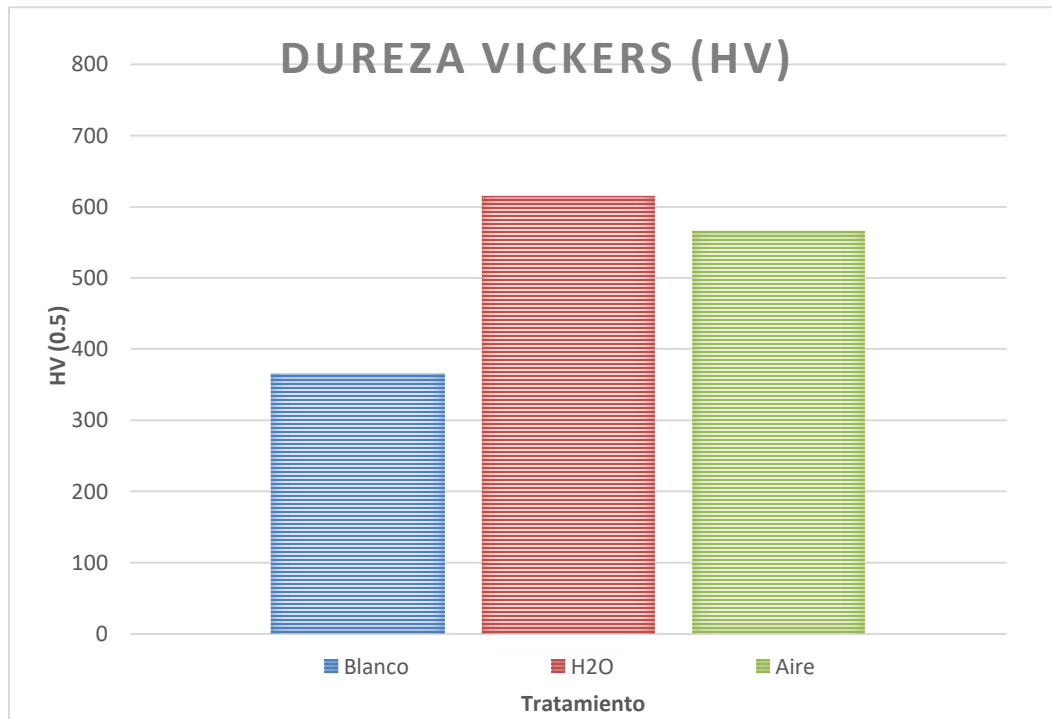


Figura 42. Promedio de dureza Vickers Ti-Al-V.

Para comparar nuestra microdureza Vickers usamos el artículo de Belan et al. [33], el cual usa la misma aleación de titanio (Ti-6Al-4V), viéndose reflejados en la Tabla 6. La microdureza de la pieza sin tratamiento térmico tiene una dureza casi igual a nuestra pieza (Blank) de 365.32 HV, validando que los resultados fueron correctos.

Después de los templees podemos observar cómo ambos tratamientos aumentaron la microdureza considerablemente respecto al titanio sin ningún tratamiento térmico. La que presentó un mayor endurecimiento fue la templada en agua con un valor de 614.925 HV, mientras que la templada en aire tuvo 565.348 HV, lo que representa que el temple en agua es el método más efectivo para el endurecimiento del titanio.

Para el tratamiento térmico de las otras dos muestras se calentaron las piezas durante tres horas alcanzando los resultados de la Tabla 6, en cambio nuestros resultados fueron mayores aproximadamente +100 HV porque usamos agua con hielo a 3°C, provocando un enfriamiento aún más severo. También se

obtuvo una desviación estándar un poco más elevada, esto nos indica que nuestra pieza tiene una microestructura menos uniforme (microestructura heterogénea) en las fases α , β y martensita generada durante en tratamiento térmico.

Tabla 6. Dureza Vickers con derivación estándar a HV0.2/10 y HV10/10. [33]

Dureza	HV0.2/10
Material inicial	367.55±21.1
AC- 1050°C/3h	426.2±20.9
WQ-1050°C/3h	459.2±18.5

4.3 Corrosión

Los resultados obtenidos en la aplicación de técnicas electroquímicas se muestran a continuación, las curvas de polarización (CP) se usarán para determinar (E_{corr}) e (i_{corr}) a través de trazar las rectas de Tafel, estos datos se usarán para obtener la resistencia a la polarización (R_p) de cada lámina para así finalmente obtener la velocidad de corrosión. Con estos resultados se evalúa que lámina obtuvo una mejor capa protectora mediante la obtención de (i_{pass}).

Las láminas de titanio se clasificaron como: (Blank) para la muestra sin ningún tratamiento térmico, (WQ) para la enfriada en agua y (AQ) para la enfriada en aire.

4.3.1 Curvas de polarización

En este apartado se muestran las curvas de polarización (CP) y el potencial de corrosión E_{corr} junto la densidad de corriente de corrosión i_{corr} para cada una de las láminas de titanio mediante la extrapolación de Tafel de las regiones anódica y catódica. Como se muestra en la Figura 43, el procedimiento que se hizo para obtener la intersección de la recta catódica y anódica usando como ejemplo la muestra (Blank).

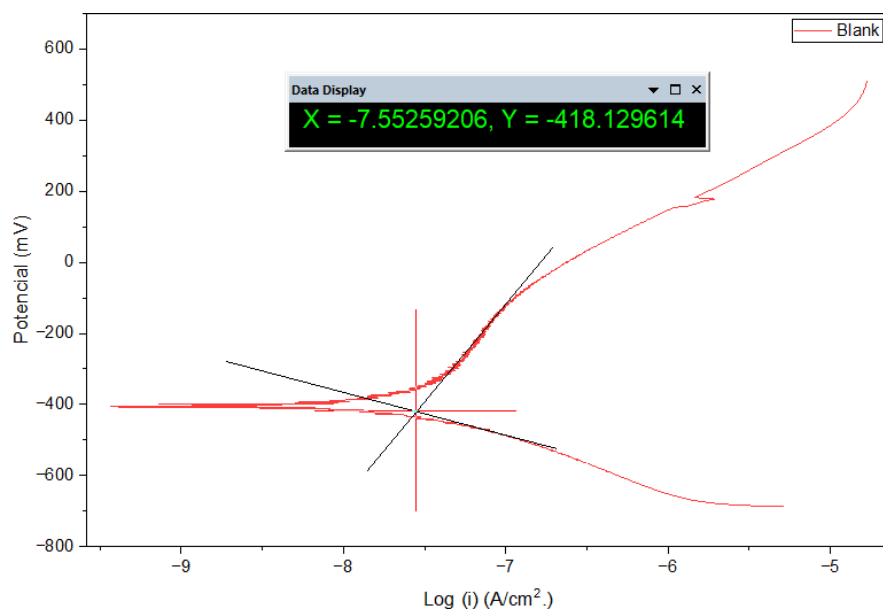


Figura 43. Regiones anódica y catódica en la gráfica de polarización dinámica del Ti Blank.

Para la muestra de titanio sin tratamiento (Blank) se obtuvo la Figura 44, donde podemos obtener el valor de $E_{corr} = -418.1296 \text{ mV} \approx -0.418 \text{ V}$ y $\text{Log}(i) = -7.55 \text{ [A/cm}^2\text{]}$, este último valor nos da un $i_{corr} = 10^{-7.55} \text{ [A/cm}^2\text{]}$, podemos expresarlo como $i_{corr} = 2.81 \times 10^{-8} \text{ [A/cm}^2\text{]}$.

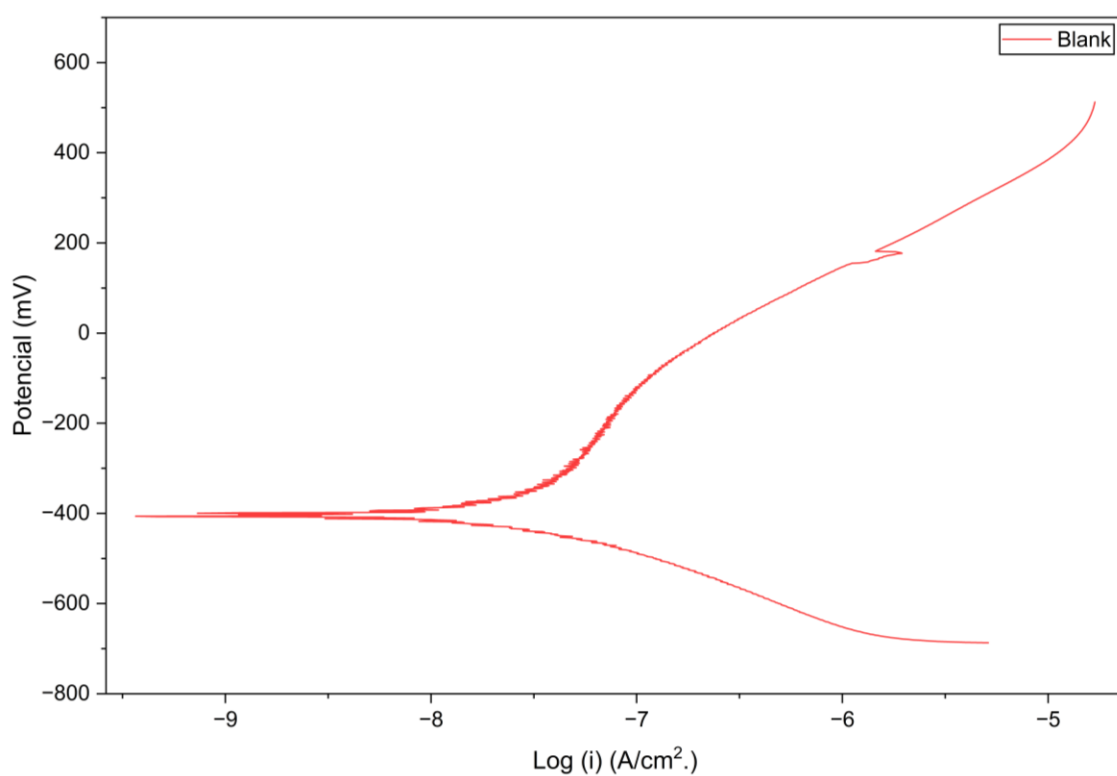


Figura 44. Curva de polarización dinámica del Ti sin ningún tratamiento, Blank.

La Figura 45 corresponde a la muestra enfriado por aire (AQ), como el valor del potencial de corrosión $E_{corr} = -460.036 \text{ mV} \approx -0.460 \text{ V}$ y la densidad de corriente se ubica en $\text{Log}(i) = -7.67 [\text{A}/\text{cm}^2]$, esto nos da un valor de densidad de corrosión $i_{corr} = 2.138 \times 10^{-8} [\text{A}/\text{cm}^2]$.

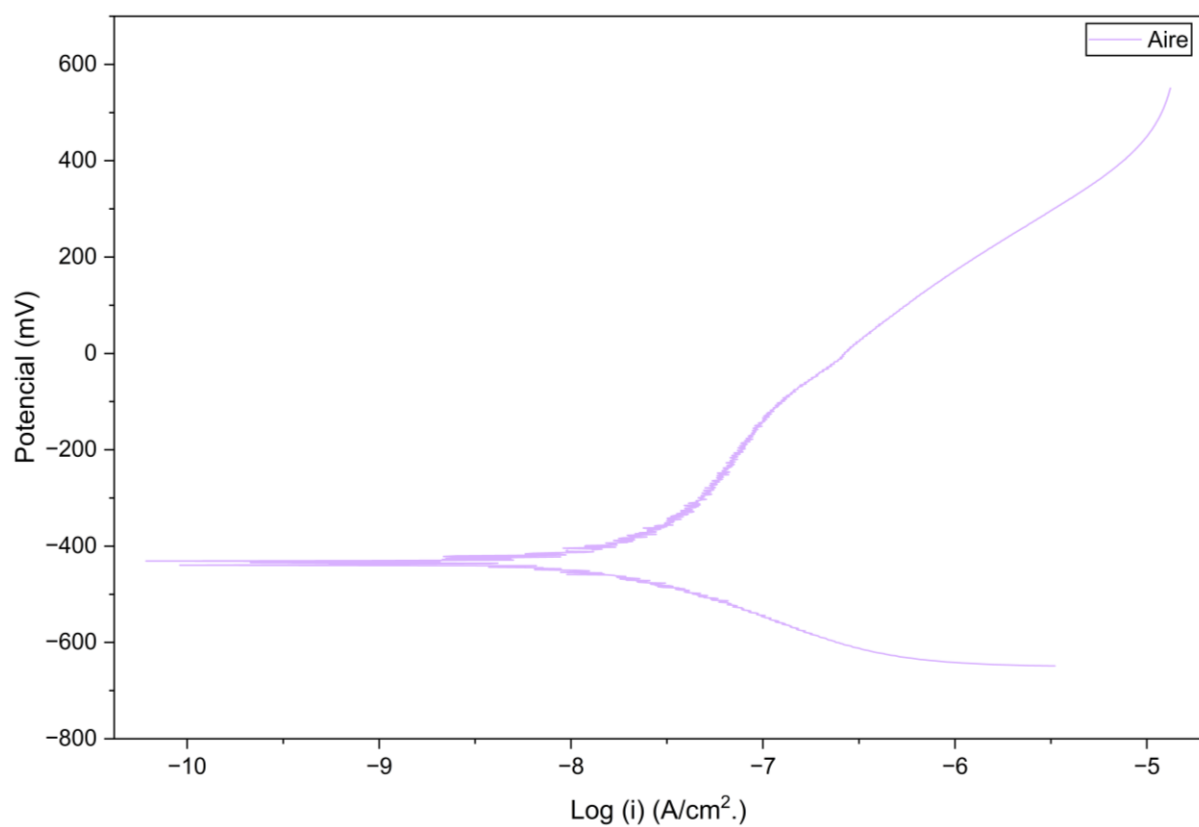


Figura 45. Curva de polarización dinámica del Ti enfriado por Aire, AQ.

En la Figura 46 correspondiente al temple en agua (WQ) se obtuvo un potencial de corrosión de $E_{corr} = -424.67 \text{ mV} \approx -0.424 \text{ V}$ y una densidad de corriente de $i_{corr} = 3.388 \times 10^{-8} [\text{A/cm}^2]$.

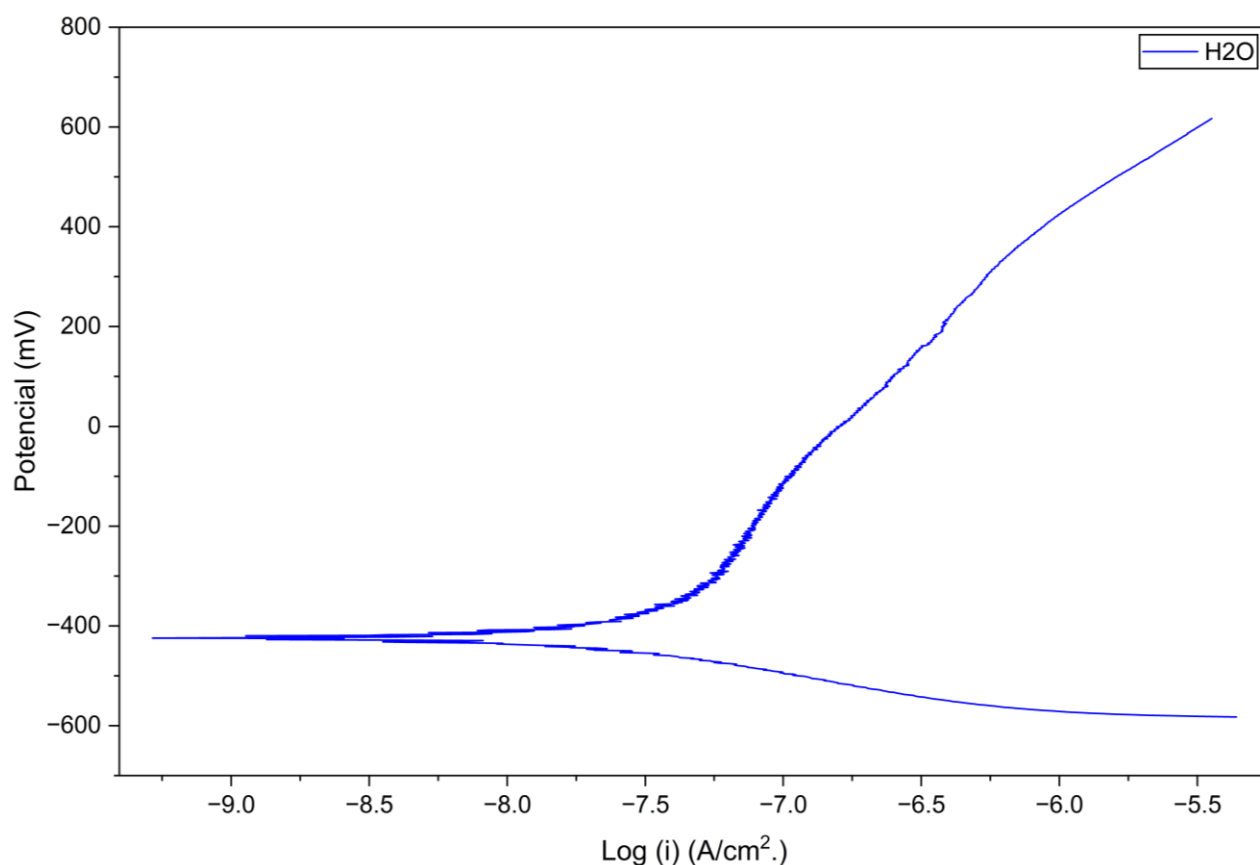


Figura 46. Curva de polarización dinámica del Ti enfriado Agua, WQ.

La Figura 47 presenta las tres curvas juntas para apreciar mejor el comportamiento a la corrosión en cada pieza. La pieza templada en aire (AQ) tuvo la corriente más baja ($i_{corr} = 2.138 \times 10^{-8} [A/cm^2]$), lo que presenta la menor corrosión de las tres piezas. El que tuvo mayor corrosión fue la línea azul, temple en agua (WQ) ya que su curva está mucho más a la izquierda, lo que nos dice que el temple en agua empeoró ligeramente su resistencia a la corrosión.

Además, el potencial de corrosión E_{corr} menos negativo (más cercano a cero) fue la pieza que no tiene ningún temple, la pieza (Blank) tiene el comportamiento más noble frente a la corrosión, es decir es la pieza que ofrece mayor resistencia a iniciar el proceso de corrosión con un valor de $E_{corr} = -418 [mV]$, esto tiene sentido ya que su microestructura se mantiene homogénea, con su capa protectora de TiO_2 intacta, sin defectos cristalinos por los tratamientos térmicos y libre de fases químicamente inestables como las que genera el WQ con su martensita α' que es muy inestable lo que lo

llevo a tener un valor de $E_{corr} = -424 [mV]$, mientras que el AQ fue la pieza que presentó la peor nobleza con un $E_{corr} = -460 [mV]$ debido a tener una microestructura Widmanstätten genera una fase α y β más marcadas, lo que hace más fácil crear grietas en la capa pasiva, iniciando con mayor facilidad el proceso de corrosión. [12]

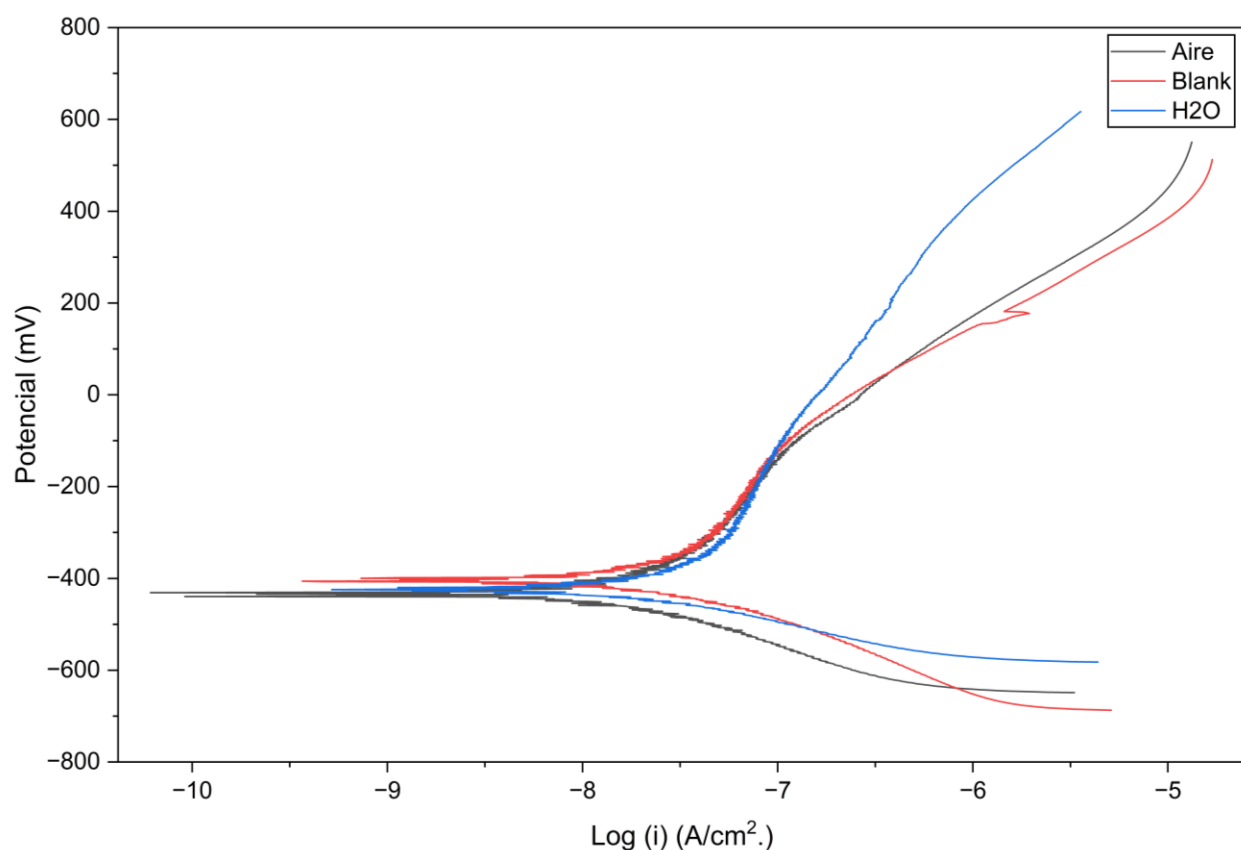


Figura 47. Curva de polarización con los tres tratamientos térmicos.

Estos datos se pueden ver mejor en la Tabla 7.

Tabla 7. Potencial de corrosión y densidad de corriente en las CP.

Muestra	E_{corr}	I_{corr}
	mV	$\mu A/cm^2$
Blank	-418	0.0281
AQ	-460	0.0213
WQ	-424	0.0338

Al comparar las figuras con el estudio de Omoniyi et al. [34], que uso el mismo electrólito que nosotros (NaCl 3.5%) vemos que se obtuvieron datos similares en H10 que es la muestra sin tratamiento térmico, que sería equiparable con la muestra Blank, presentando un E_{corr} de 0.006 V y i_{corr} de $499 \mu A/cm^2$ para la Figura 48 a), mientras que nuestro E_{corr} visto en la Figura 48 b) es de -0.418 V, lo cual es una diferencia muy grande. También hay una enorme diferencia en i_{corr} teniendo nosotros un valor de $0.0281 \mu A/cm^2$ mientras que el de ellos es más grande, esta diferencia en la i_{corr} se debe al área expuesta siendo la del estudio de $200 mm^2$, mientras que la obtenida es de $23.7 mm^2$. [34]

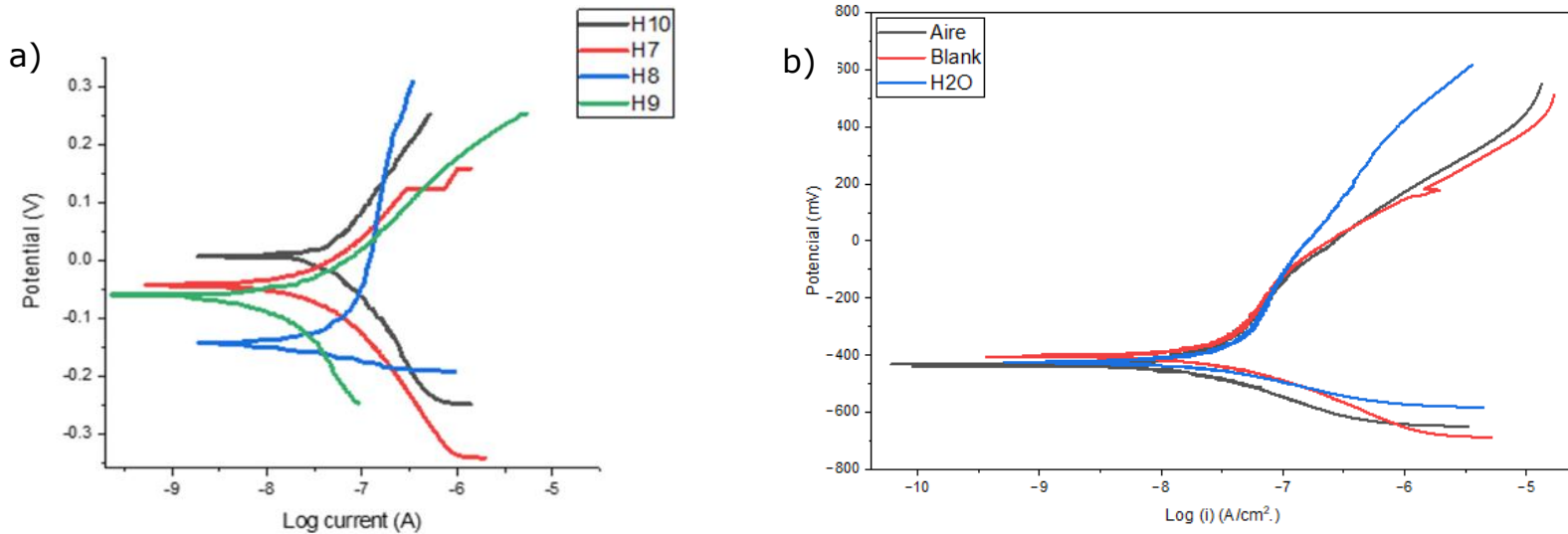


Figura 48. Curva de polarización de Ti-6Al-4V: a) Omoniyi et al [34] b) elaboración propia.

Para obtener las pendientes de Tafel se usó el método de extrapolación de Tafel, obteniendo así la Tabla 8.

Tabla 8. Pendientes de Tafel anódica y catódica para cada muestra de Ti.

Muestra	β_a	β_c
	V/ década	V/ década
Blank	0.34526	0.10696
AQ	0.40285	0.12219
WQ	0.38109	0.12148

Usando la ecuación (17) podemos obtener el coeficiente de Stern-Geary:

Tabla 9. Coeficiente de Stern-Geary para cada lámina de Ti.

Muestra	B
	mV
Blank	35.45879369
AQ	40.70921
WQ	27.53588

Usando la ecuación de Stern-Geary (16) podemos obtener la resistencia a la polarización (R_p) haciendo un despeje sencillo obteniendo así la Tabla 10.

Tabla 10. R_p de cada muestra.

Muestra	R_p
	$M\Omega \cdot cm^2$
Blank	1.2619
AQ	1.9041
WQ	0.8127

A mayor R_p el metal se corroe menos y lo contrario a menor R_p . En la Tabla 10 vemos que la muestra (WQ) presenta la menor resistencia a la polarización, esto nos dice que el enfriamiento en agua afectó su resistencia a la corrosión, haciendo que sea la menor de todas las piezas. Por el contrario, se observa que la lámina (AQ) presenta la mayor resistencia a la corrosión, mostrándonos que el enfriamiento en aire fue beneficioso. La lámina de titanio sin ningún tratamiento (Blank) fue el punto intermedio entre ambas.

4.3.3 Velocidad de corrosión

Calculamos la velocidad de corrosión usando a la norma ASTM G102 para determinar la velocidad de corrosión usando el peso equivalente del Ti-6Al-4V (PE) y la ecuación (3) se obtiene la Tabla 11:

$$PE_{Ti-6Al-4V} = 11.8 \text{ g/equiv}$$

$$\rho = 4.43 \text{ g/cm}$$

Tabla 11. Velocidad de corrosión para cada lámina de Ti.

Muestra	V_{corr}
	mm/año
Blank	0.0002448
AQ	0.0001855
WQ	0.0002944

Observando la Tabla 11 se puede confirmar que los cálculos de la resistencia a la polarización son correctos, comprándolos con nuestra I_{corr} en la tabla 7. La lámina (AQ) tiene la velocidad de corrosión más baja, lo que indica una mayor protección del titanio, mientras que el temple en agua (WQ) afectó su resistencia a la corrosión del titanio en aproximadamente $V_{corr} = 0.10$ ($\mu\text{m/año}$) de diferencia.

4.3.4 Corriente de pasivación y potencial de ruptura

A diferencia del modelo de pasividad reportado por Bellezze [18], la muestra tiene un comportamiento de pseudo-pasividad (pasivación inestable), caracterizado por la formación de la película protectora del titanio, aunque inestable y permitiendo el proceso de disolución continua del titanio en cualquier tratamiento térmico.

Usando el método reportado por Bellezze [18], podemos obtener de la siguiente manera el promedio de la corriente de pasivación, como se muestra en la Figura 49 donde se identificó la región pasiva, para posteriormente trazar tangentes para identificar los límites ($i_{p\text{ máx}}$ y $i_{p\text{ mín}}$) y así calcular el promedio (i_p).

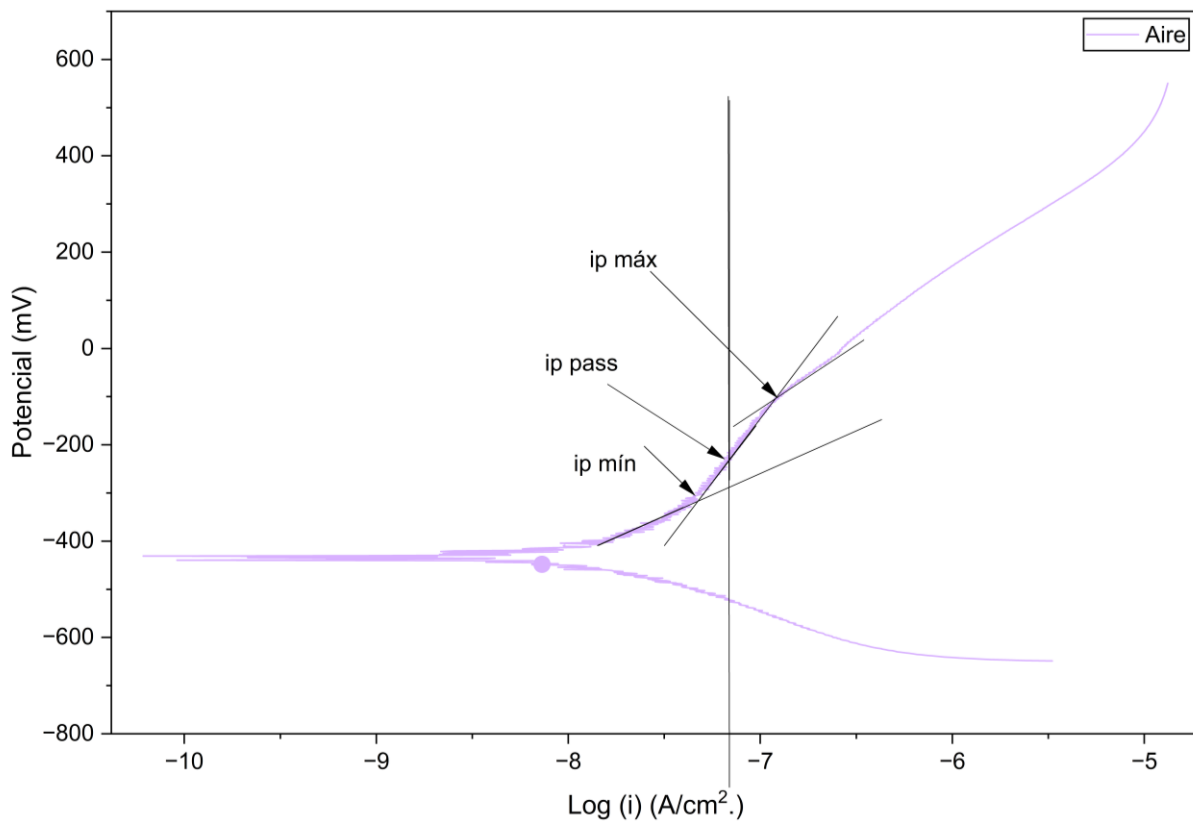


Figura 49. Rectas en la zona pasiva usando Bellezze.

La Figura 50 correspondiente a (Blank) obtenemos un $\log(i_{p\text{ máx}}) = -6.9905 [A/cm^2]$ y un $\log(i_{p\text{ mín}}) = -7.3532 [A/cm^2]$, con estos valores se calculo la corriente real: $i_{p\text{ máx}} = 10^{-6.9905} [A/cm^2]$ y $i_{p\text{ mín}} = 10^{-7.3532} [A/cm^2]$. Aproximadamente $i_{p\text{ máx}} = 1.02 \times 10^{-7} [A/cm^2]$ y $i_{p\text{ mín}} = 4.43 \times 10^{-8} [A/cm^2]$, obteniendo una corriente de pasivación de $i_p = 6.732 \times 10^{-8} [A/cm^2]$.

El potencial de pasivación (E_{pp}) inicia donde empieza a crecer la región de pasivación en ($i_{p\text{ mín}}$), dando como resultado $E_{pp} = -314.3 [mV]$. Por otra parte, el potencial de ruptura ocurre cuando termina la región pasiva, en nuestra gráfica al ser un comportamiento de transpasivación, este comportamiento termina en $i_{p\text{ máx}}$, lo que nos da un potencial de ruptura $E_{bd} = -114.1919 [mV]$. Esto tiene sentido la pasivación empieza después del potencial de corrosión y la ruptura ocurre después de la pasivación, el signo negativo es simplemente una cuestión termodinámica referente al electrodo de referencia, y lo realmente importante es el comportamiento de la curva.

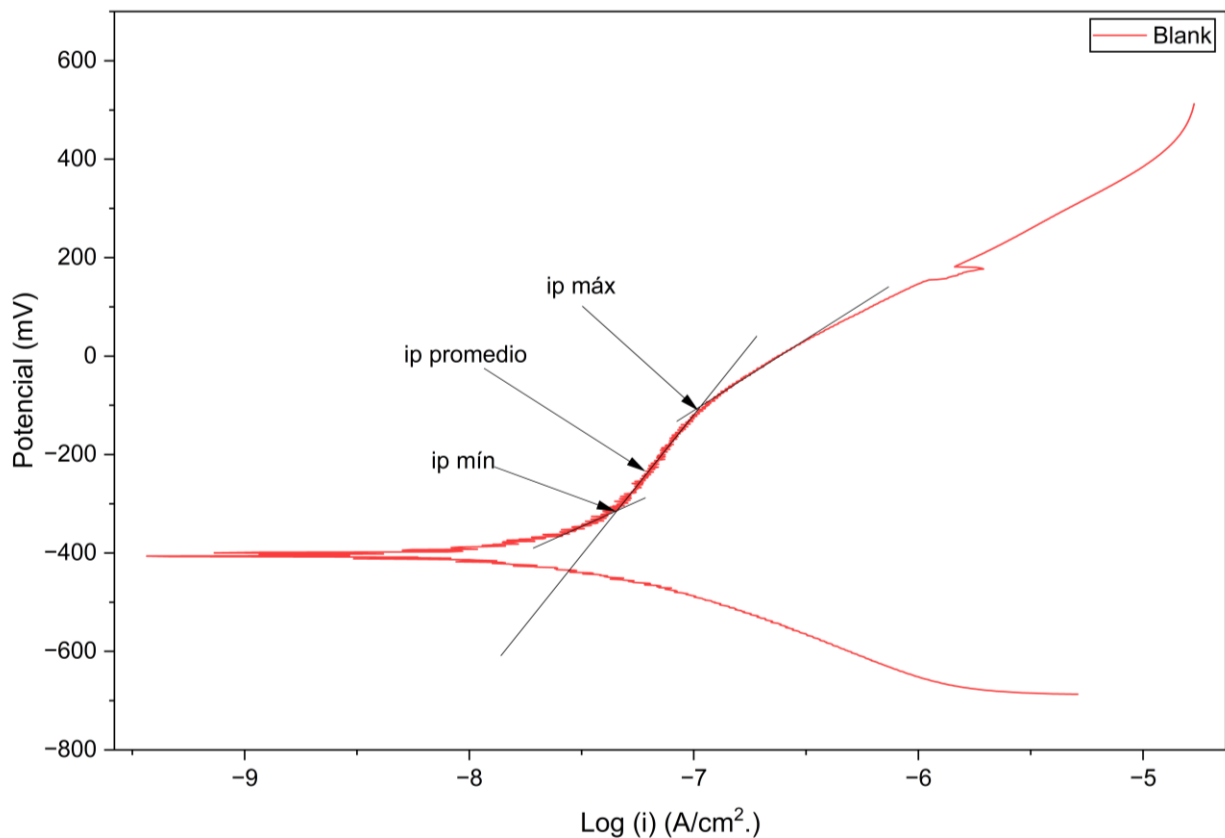


Figura 50. Zona de pasivación en la lámina de Blank.

La Figura 51 corresponde a (AQ) donde obtuvimos un $\log(i_{p\text{ máx}}) = -6.9191 [A/cm^2]$ y $\log(i_{p\text{ mín}}) = -7.3871 [A/cm^2]$, con estos valores calculamos la corriente real: $i_{p\text{ máx}} = 10^{-6.9} [A/cm^2]$ y $i_{p\text{ mín}} = 10^{-7.4} [A/cm^2]$, lo que da como resultado una corriente de pasivación de $i_p = 7.0289 \times 10^{-8} [A/cm^2]$, junto con el potencial de pasivación de $E_{pp} = -303 [mV]$ y un potencial de ruptura de $E_{bd} = -90 [mV]$.

El potencial negativo (Ebd) es consistente porque el Ti6Al4V es termodinámicamente activo en la solución expuesta, eso significa que tiene una gran tendencia natural a reaccionar cuando es sumergido a NaCl 3.5 %. Además su E_{corr} de -400 mV, nos indica que su estado de reposo es negativo no que están mal los resultados por ser negativos.

Al revisar la figura 51 se observa que la secuencia termodinámica es correcta:

$$E_{corr} < E_{pp} < E_{bd}$$

Indicando que la formación y ruptura de la película pasiva tiene un orden correcto independientemente del signo que tiene el potencial de corrosión.

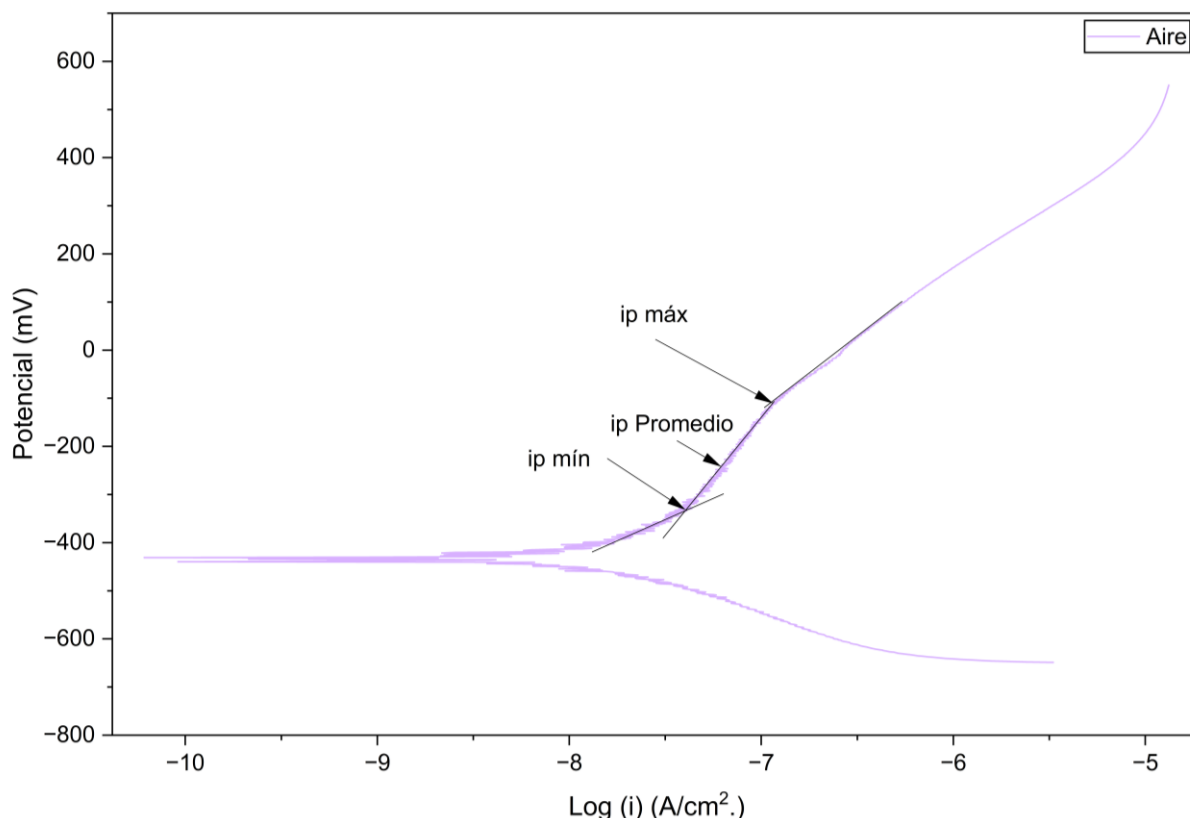


Figura 51. Zona de pasivación en la lámina de AQ.

La Figura 52 corresponde a (WQ) donde obtuvimos un $\log(i_{p\text{ máx}}) = -6.9417 [A/cm^2]$ y $\log(i_{p\text{ mín}}) = -7.2172 [A/cm^2]$, con estos valores calculamos la corriente real: $i_{p\text{ máx}} = 10^{-6.9} [A/cm^2]$ y $i_{p\text{ mín}} = 10^{-7.2} [A/cm^2]$, obteniendo una corriente de pasivación para el (WQ) de $i_p = 8.346 \times 10^{-8} [A/cm^2]$, un potencial de pasivación de $E_{pp} = -295 [mV]$ y un potencial de ruptura de $E_{bd} = -78.416 [mV]$.

Viendo la figura 52, la capa protectora del titanio es inestable, esto se le conoce como pseudopasivación, donde la capa protectora (TiO_2) tiene "perforaciones" por donde el ambiente salino logra filtrarse y provoca una difusión activa. Si el escudo protector de (TiO_2) fuera perfecto, al subir el voltaje la gráfica formaría una línea vertical completamente recta y eso no sucede.

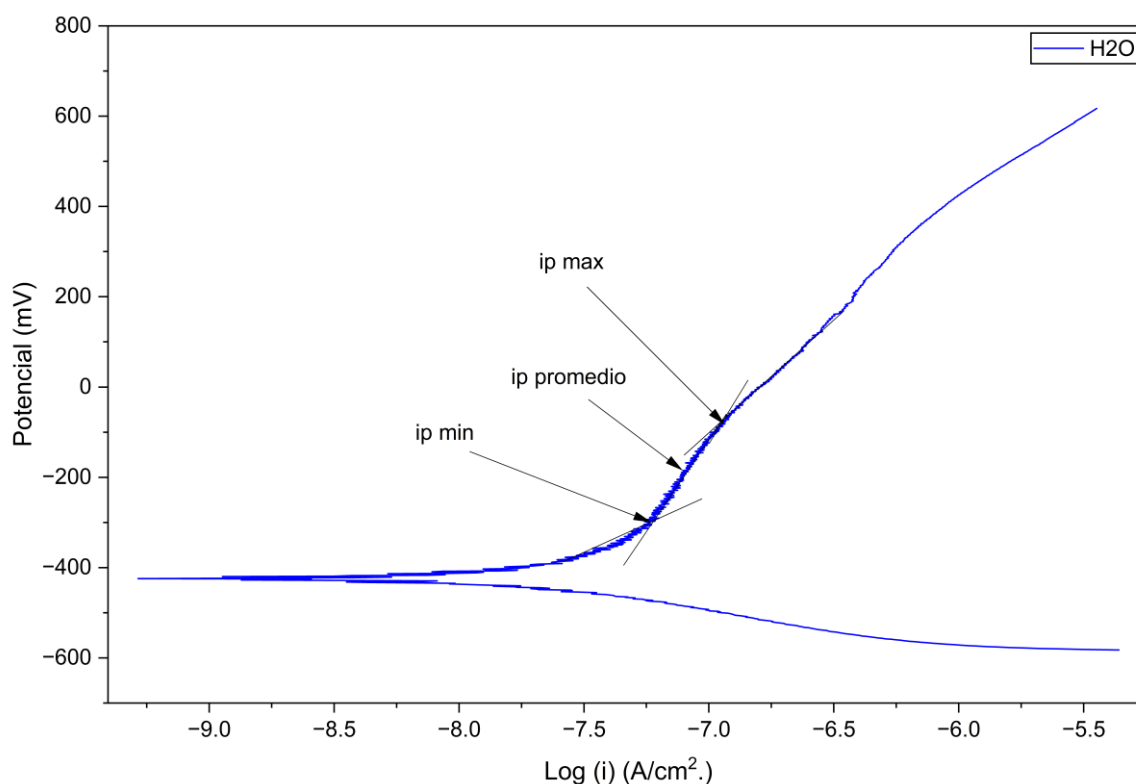


Figura 52. Zona de pasivación en la lámina de WQ.

Los resultados están agrupados en la Tabla 12. Donde se observa que la muestra (Blank) posee el (i_p) más bajo entre las tres muestras analizadas, lo que representa que se corroe más lento al tener una capa protectora que bloquea mejor el paso de corriente. Por el contrario (WQ) posee la densidad de corriente de pasivación (i_p) más alta, consistente con los datos de velocidad de corrosión anteriores, indicando la corrosión más rápida de las tres muestras, pero su potencial de ruptura (E_{bd}) más alto indica que soporta un mayor voltaje antes de desestabilizarse.

Tabla 12. Corriente de pasivación y potencial de ruptura.

Muestra	i_p	E_{bd}
	$\mu\text{A}/\text{cm}^2$	mV
Blank	0.067320	-114.192
AQ	0.070289	-90.812
WQ	0.083460	-78.416

Con base en las curvas de polarización que obtuvimos podemos decir que la muestra templada en agua (WQ) resiste los voltajes más altos antes de ceder ($E_{bd} = -78 \text{ [mV]}$). Sin embargo, también presenta la mayor corrosión general ($I_{corr} = 0.0338 \text{ [\mu A/cm}^2\text{]}$) y la mayor corriente de pasivación ($I_{pass} = 0.08346 \text{ [\mu A/cm}^2\text{]}$). En conclusión, aunque su capa pasiva es más difícil de perforar de manera puntual, una vez penetrada la capa protectora el Ti6Al4V se corroe de manera general más rápido.

Por otra parte, la pieza enfriada al aire (AQ) demostró tener el mejor comportamiento frente a la corrosión. Demostrando que fue la que menos se corroyó, al tener la menor densidad de corriente de corrosión ($I_{corr} = 0.0213 \text{ [\mu A/cm}^2\text{]}$), además presenta un potencial de ruptura superior ($E_{bd} = -90 \text{ [mV]}$) al de la muestra en estado comercial, indicando un buen equilibrio, el material no sufre por la corrosión, sino que también mejora la estabilidad de su capa pasiva.

La muestra (Blank) tuvo la corriente de pasivación más baja ($I_{pass} = 0.06732 \text{ [\mu A/cm}^2\text{]}$), lo que indica una buena protección de la capa de (TiO_2), pero su capa protectora se desestabiliza con el voltaje más bajo de las tres condiciones ($E_{bd} = -114 \text{ [mV]}$).

5. Conclusiones

Se realizó la caracterización microestructural del titanio con diferentes tratamientos térmicos a una temperatura de $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ por hora y media, obteniendo los siguientes resultados: La muestra sin ningún tratamiento térmico (Blank) presentó visiblemente la microestructura $\alpha+\beta$, con una microdureza de 365.33 ± 7.7 a una carga de HV0.5. Esta lámina nos muestra la resistencia a la corrosión que tiene la aleación Ti-6Al-4V sin ningún tratamiento térmico, como se compraría industrialmente, teniendo una velocidad de corrosión intermedia entre las dos piezas con una V_{corr} de $0.2448 \text{ }\mu\text{m/año}$ y un i_{pass} de $0.0673 \text{ }\mu\text{A/cm}^2$.

Al enfriar rápidamente por aire (AQ) obtenemos una microestructura lamelar más gruesa por un enfriamiento más lento en comparación al WQ, esta microestructura tiene zonas de α más grandes las cuales crecen en los límites de grano β , parecida a las estructuras tipo Widmanstätten pero con un

aumento más grande pudimos percibir una pequeña formación de martensita por el enfriamiento más rápido al colocar un bloque de hielo enfrente del túnel de viento en lugar del tradicional, por esta velocidad de enfriamiento superior se clasificó como microestructura lamelar tipo Widmanstätten gruesa ($\alpha + \beta$) con martensita α' , la cual obtuvo una microdureza Vickers de 565.3 (HV0.5), lo que es un incremento de 54.7% con respecto a la aleación sin ningún tratamiento. De manera similar el AQ logró la mayor resistencia a la corrosión con una V_{corr} de 0.1855 $\mu\text{m/año}$, la más baja de todas, esto se debe a que (AQ) creó zonas de fase α más grandes (lamelar gruesa) que son más estables, lo que le da una mejor estabilidad química en comparación a las otras dos piezas.

En contraparte, el (WQ) presentó la peor V_{corr} de 0.2944 $\mu\text{m/año}$ debido a su microestructura formada al enfriarla rápidamente con agua con hielos desde la fase β , este enfriamiento no permitió la conservación de martensita α' como se esperaba si no que tuvimos una microestructura Widmanstätten que le otorgó una dureza superior a las otras muestras, como se demostró al tener una microdureza Vickers de 614.925 (HV0.5), siendo el tratamiento que más endureció al titanio teniendo un incremento de aproximadamente 68.3% en comparación a la aleación base.

Como se puede observar el cambio en la velocidad de corrosión y la corriente de pasivación no es muy notario, en comparación con el aumento en la dureza. Por lo que podemos concluir que el WQ tuvo mejores resultados al formarse una microestructura acicular compuesta de martensita α' , que otorga mejor dureza y resistencia en comparación al AQ y el titanio limpio, viéndose claramente en la comparación entre la aleación base que tuvo un incremento de la dureza del 68.3%.

Este estudio demostró que el titanio que ya tiene buenas propiedades mecánicas puede ser aún más resistente con un tratamiento térmico adecuado, particularmente el temple en agua (WQ) y sin afectar de manera perceptible la resistencia a la corrosión característica del titanio. El realizarle un tratamiento térmico otorga más ventajas que desventajas, el temple le otorga una dureza 68% superior que su contraparte sin templar, esta dureza es muy demandada en industrias como la naval donde los buques de carga son sometidos constantemente a cargas cíclicas por recibir constantemente el

impacto de las olas. Además de poder soportar bien en ambientes con mucha corrosión como el agua del mar.

Otra industria muy importante es la industria aeronáutica donde el 80% de la producción mundial de esta aleación va para esta industria. Una mayor dureza es necesaria para componentes clave como la estructura de las alas que soportan muchas cargas aerodinámicas, al aumentar la dureza de este material permite resistir mejor los esfuerzos, brindando la posibilidad de aumentar el tamaño de los aviones.

6. Anexo - Técnicas de caracterización

6.1 Caracterización microestructural

La microscopia óptica es una técnica que se basa en la reflexión de la luz visible sobre una superficie metálica preparada, la cual debe ser plana y pulida (acabado espejo) para que la luz se refleje con la misma intensidad, observándose una superficie clara y brillante en las zonas planas, mientras que los límites de grano y las microestructuras como las segundas fases o martensitas dispersaran la luz fuera del rango observado, observándose visualmente como zonas más oscuras. El microscopio óptico utilizado (Leitz Wetzlar) funciona mediante esta técnica, teniendo una fuente de luz en su parte inferior, iluminando la muestra perpendicularmente. [25]

Para la preparación de la superficie se inicio con un desbaste fino usando papel de carburo de silicio (SiC) con granulometría decreciente, desde P120 hasta P1000, empleando agua como lubricante para minimizar el calor y eliminar los residuos de las piezas cortadas, la norma ASTM E407-23 nos indica la importancia del enfriamiento para reducir deformaciones plásticas por el calor; el titanio al ser un súper conductor se deforma rápidamente dañando la microestructura. Posteriormente, se realizó a un pulido con paños, empleando una suspensión de alúmina (Al_2O_3) y agua destilada a 400 rpm durante 5 minutos hasta alcanzar un acabado de espejo. [22]

Sin ataque químico no se puede ver la microestructura de la muestra pulida, para el Ti-6Al-4V el reactivo más utilizado es el No.192 (Kroll's) recomendado por la ASTM E407, una mezcla de 2% de ácido fluorhídrico (HF), 6% de ácido nítrico (HNO_3) y 100 ml de agua destilada durante 10 segundos. El Kroll's

oscurece la fase β , creando un contraste visible bajo el microscopio, la fase α aparece clara, mientras que la β se oscurece. [22]

6.2 SEM

La microscopia electrónica de barrido (SEM) es una técnica que se base en barrer la superficie de la muestra con un haz de electrones de alta energía,

cuando los electrones entran en contacto con el material, los electrones se dispersan, esta dispersión es detectada y procesada para obtener una imagen que permite analizar la superficie del material a detalle, como la morfología,

Al usar el modo COMPO (electrones retrodispersados) del microscopio SEM, nos da un contraste de fases por sus diferencias en su composición química, donde la región con un numero atómico más alto (como el Vanadio) aparecerá más brillante y la zona con más Aluminio aparece más oscuro.

6.3 Microdureza

La técnica de microdureza Vickers sirve para determinar la resistencia de un material a la deformación plástica localizada. El proceso consiste en hacer pequeñas muescas en las láminas pulidas con un indentador Vickers de diamante con forma de pirámide, el encargado de aplicar la fuerza es el microdurómetro digital Vickers (modelo HVS-1000) que aplica una fuerza perpendicular de 0.5 kgf, esta pequeña cantidad de fuerza entra en el rango de microdureza (0.1-1 kgf), por lo que este ensayo se apega a lo establecido por la norma ASTM E384-22 (Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials). [23]

La carga máxima de 0.5 kgf se mantiene durante 10 segundos para permitir que la deformación plástica se mantenga y que el metal no tenga una recuperación plástica inmediata. También se debe tener una distancia de 2.5 veces la longitud diagonal de la muestra, para que las mediciones obtenidas no se vean influenciadas por las deformaciones que surgen al aplicar la fuerza alrededor de la muesca, como se puede ver en la Figura 53, donde se cumplió con esta regla establecida den la norma ASTM E384-22. [23]

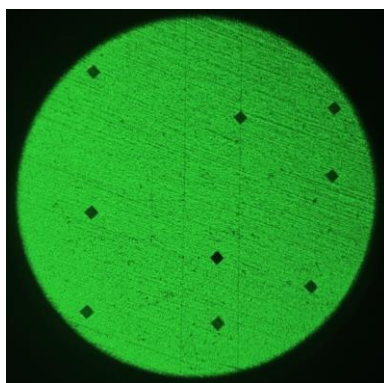


Figura 53. Separación de muescas en al microdureza Vickers.

La dureza Vickers no se mide directamente por la profundidad de la muesca, sino por el área de la huella. Se asume que la resistencia a la deformación es proporcional a la carga aplicada dividida por el área de contacto real de la pirámide. Para obtener un valor de microdureza Vickers se debe medir la carga aplicada (P) y el promedio de las diagonales (d) mediante la relación geométrica del indentador:

$$HV = 1.8544 \frac{P}{d^2}$$

Microdureza Vickers según la norma ASTM E384-22 [23]

6.4 Caracterización electroquímica (curvas de polarización)

Cuando hacemos una caracterización electroquímica nos basamos estrictamente en la norma ASTM G5, usando la muestra de titanio con el respectivo tratamiento térmico como electrodo de trabajo, un electrodo de cloruro de plata (Ag/AgCl) como electrodo de referencia una lámina de grafito como contraelectrodo. Usando como electrolito NaCl al 3.5% para replicar el agua de mar. Y usando un barrido de 0.4 mV/s. [21]

7. Anexo 2

7.1 Gráficas de tracción

Se realizaron pruebas de tracción como complemento del trabajo para ver cómo el temple afectó la ductilidad del Ti-6Al-4V.

En estas gráficas, visualizadas en la Figura 54 podemos ver que el comportamiento de la gráfica es muy similar en la zona elástica, pero no es hasta donde se aplican 16 kN (816 MPa) que se llega al límite de fluencia y es donde se nota una gran diferencia. El WQ presenta una deformación plástica de 7.5 mm antes de romperse mientras que el AQ tuvo el doble de 14 mm, lo que nos indica que sufrió una disminución notable en la ductilidad según el tratamiento térmico aplicado. Siendo el doble de frágil el WQ que el AQ, debido a su microestructura martensítica que la hizo más dura, pero a la vez más frágil.

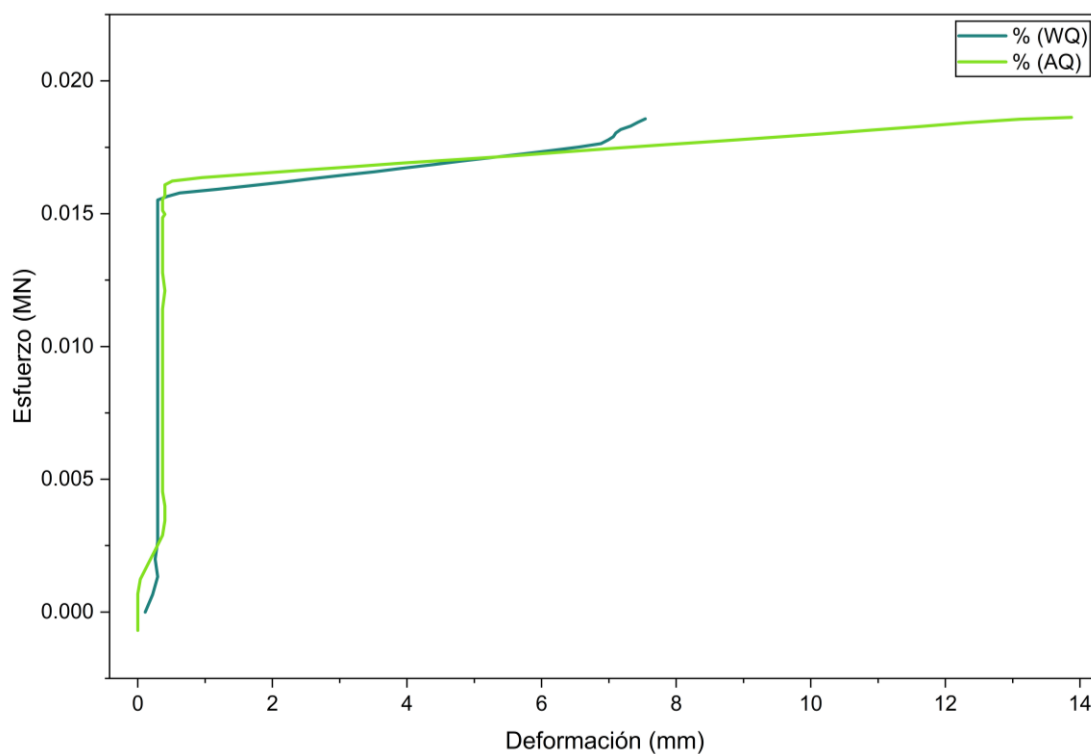


Figura 54. Gráficas de Tracción AQ y WQ.

7.2 Ecuaciones para la cinética de transformación

A.1 Desarrollo de la ecuación JMAK

El Ti6Al4V tiene diferente microestructura debido a la tasa de enfriamiento para una tasa lenta como el enfriamiento en aire permite formar $\alpha + \beta$ mientras que al enfriar rápidamente se genera $\alpha'' + \beta$ donde β está en la frontera de grano.

$$\frac{dx}{dt} = n \cdot |K(T)|^{1/n} \cdot (1-x) \cdot |\ln(1-x)|^{\frac{n-1}{n}} \quad (A.1)$$

- x : Fracción transformada
- n : Exponente de Avrami
- $K(T)$: Constante cinética, dependiente de la temperatura

Usando la ley tipo Arrhenius

$$K(T) = K_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT(t)}\right) \quad (A.2)$$

Para la parte térmica se puede desde el comienzo

$$\rho C_p(T) \cdot \frac{dT}{dt} = \nabla \cdot (k(T) \cdot \nabla T) + \nabla H_{\beta \rightarrow \alpha} \cdot \rho \cdot \frac{dx}{dt} \quad (A.3)$$

- ρ : Densidad de la aleación Ti6Al4V
- $C_p(T)$: Calor específico
- $k(T)$: Conductividad térmica
- $\nabla H_{\beta \rightarrow \alpha}$: Cambio de entalpía durante el cambio de fase β a α

Flujo de calor por conducción

$$-K(T) \frac{dT}{dn} = h \cdot (T_{sup} - T_{medio}) \quad (A.4)$$

- dT/dn : Gradiente de temperatura en dirección normal
- h : Coeficiente de transferencia de calor por convección hacia el medio circundante
- T_{sup} : Temperatura instantánea en la superficie exterior de la muestra
- T_{medio} : Temperatura del medio de enfriamiento (Temp ambiente)

Entonces $C_p(T)$ y $K(T)$:

$$K(T) = 7 + 0.013 \cdot T \quad si \ T \leq 995 \text{ } ^\circ C \quad (A.5)$$

$$K(T) = 19.93 + 0.0055 \cdot T \quad si \ T \geq 995 \text{ } ^\circ C \quad (A.6)$$

Para el $C_p(T)$ @ $T \leq 900 \text{ } ^\circ C$

$$C_p(T) = 546 + 0.238 \cdot T + 1.58 \times 10^{-4} T^2 \quad (A.7)$$

En la transformación: $900 \text{ } ^\circ C < T < 995 \text{ } ^\circ C$

$$C_p(T) = 650 + 1 \times 10^{-2} \exp(0.046 \cdot T) \quad (A.8)$$

Si $T > 995 \text{ } ^\circ\text{C}$

$$C_p(T) = 830 \quad (A.9)$$

Sustituimos datos, al resolver la parte térmica podemos pasar a la parte cinética química.

$$\rho = 4430 \quad \text{Densidad del Ti6Al4V (kg/m}^3\text{)}$$

$$n_{avrami} = 2.5 \quad \text{Exponente cinético de Avrami}$$

$$K_0 = 1.2 \text{ e}5 \quad \text{Factor de frecuencia base (1/s)}$$

$$Q = 148.77 \quad \text{Energía de activación (kJ/mol)}$$

$$h_{\text{ventilador}} = 110 \quad \text{Coeficiente de transferencia convectiva (W/m}^2 \cdot \text{K)}$$

$$\nabla H_{\beta \rightarrow \alpha} = 45000 \quad \text{Calor latente de transformación } \beta \rightarrow \alpha \text{ (J/kg)}$$

Debido a las dimensiones de la pieza en la ecuación (A.3) obtenemos la ecuación (A.10)

$$\rho C_p(T) V \frac{dT}{dt} = -h A_s \cdot (T - T_{\text{medio}}) + \Delta H_{\beta \rightarrow \alpha} \rho V \frac{dx}{dt} \quad (A.10)$$

Esta es la que se usa para modelar la cinética de transformación para JMAK.

B.1 Desarrollo de la ecuación Koistinen-Marburger

$$\frac{df}{dT} = \alpha_m (K_{\text{max}} - f) \quad (B.1)$$

- f = Fracción volumétrica de martensita transformada.
- T = Temperatura instantánea de enfriamiento.
- α_m = Constante de velocidad empírica de Koistinen – Marburger.
- X_{max} = Fracción máxima de martensita que se puede formar.

$$\frac{df}{X_{\text{max}} - f} = \alpha_m (dT) \quad (B.2)$$

Se establecen los límites de integración. La transformación comienza en $T=M_s$, donde la fracción de martensita es cero y termina a la temperatura de temple T_f , donde la fracción es f :

$$\int_0^f \frac{df}{X_{max} - f} = \int_{M_s}^{T_f} \alpha_m(dT) \quad (B.3)$$

Resolviendo la integral

$$- [\ln(X_{max} - f) - \ln(X_{max})] = \alpha_m(T_f - M_s) \quad (B.4)$$

$$\ln\left(\frac{X_{max} - f}{X_{max}}\right) = -\alpha_m(M_s - T_f) \quad (B.5)$$

Aplicando la función exponencial en ambos lados de la ecuación:

$$\frac{X_{max} - f}{X_{max}} = \exp(-\alpha_m(M_s - T_f)) \quad (B.6)$$

Multiplicamos por X_{max} para eliminar denominadores

$$X_{max} - f = X_{max} \cdot \exp(-\alpha_m(M_s - T_f)) \quad (B.7)$$

Despejando la fracción transformada f , se obtiene el modelo de Koistinen-Marburger.

$$X_{max} - f = X_{max} \cdot \exp(-\alpha_m(M_s - T_f)) \quad (B.8)$$

Para el modelado de la aleación Ti-6Al-4V templada en agua a 3 °C, se determinó experimentalmente mediante el análisis del SEM que X_{max} es 0.9645, con este dato podemos usarlo en la ecuación (B.8) para trazar la gráfica de evolución de fases mostradas en la figura 41.

7.3 Catálogo microestructural

Blank

A continuación, se expone el catálogo de imágenes de la aleación Ti-6Al-4V. Las microestructuras se presentan a diferentes niveles de aumento para observar los detalles de la superficie.

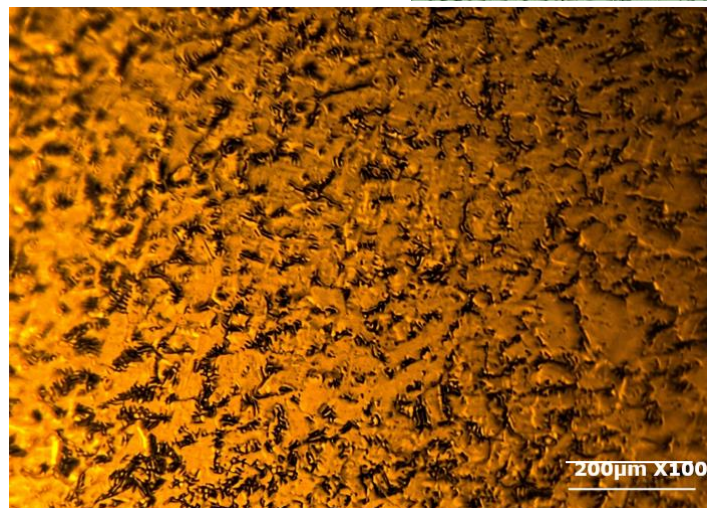
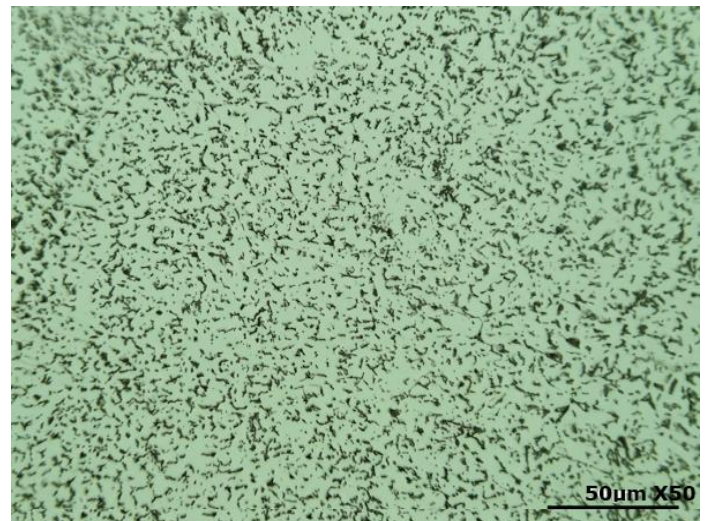
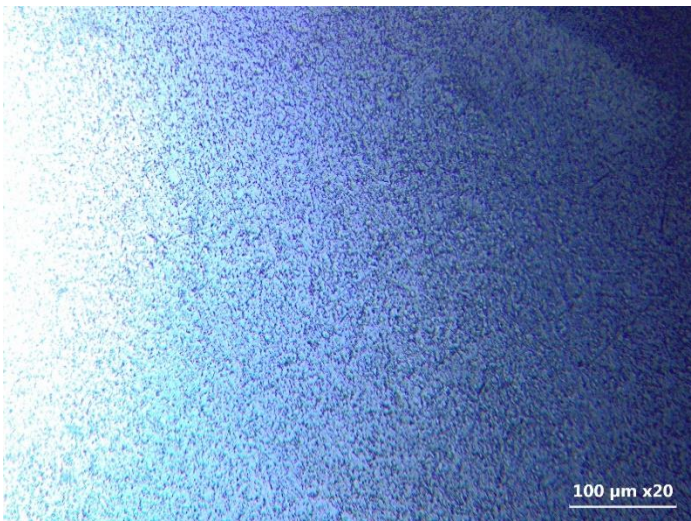


Figura 55. Microestructuras de la aleación Ti-6Al-4V en estado de entrega. a) Aumento de 20x, b) Aumento de 50x, c) Aumento de 100x.

Temple en Aire

En este apartado se compilan las micrografías tras el enfriamiento al aire. Las imágenes exhiben el material bajo distintas magnificaciones.

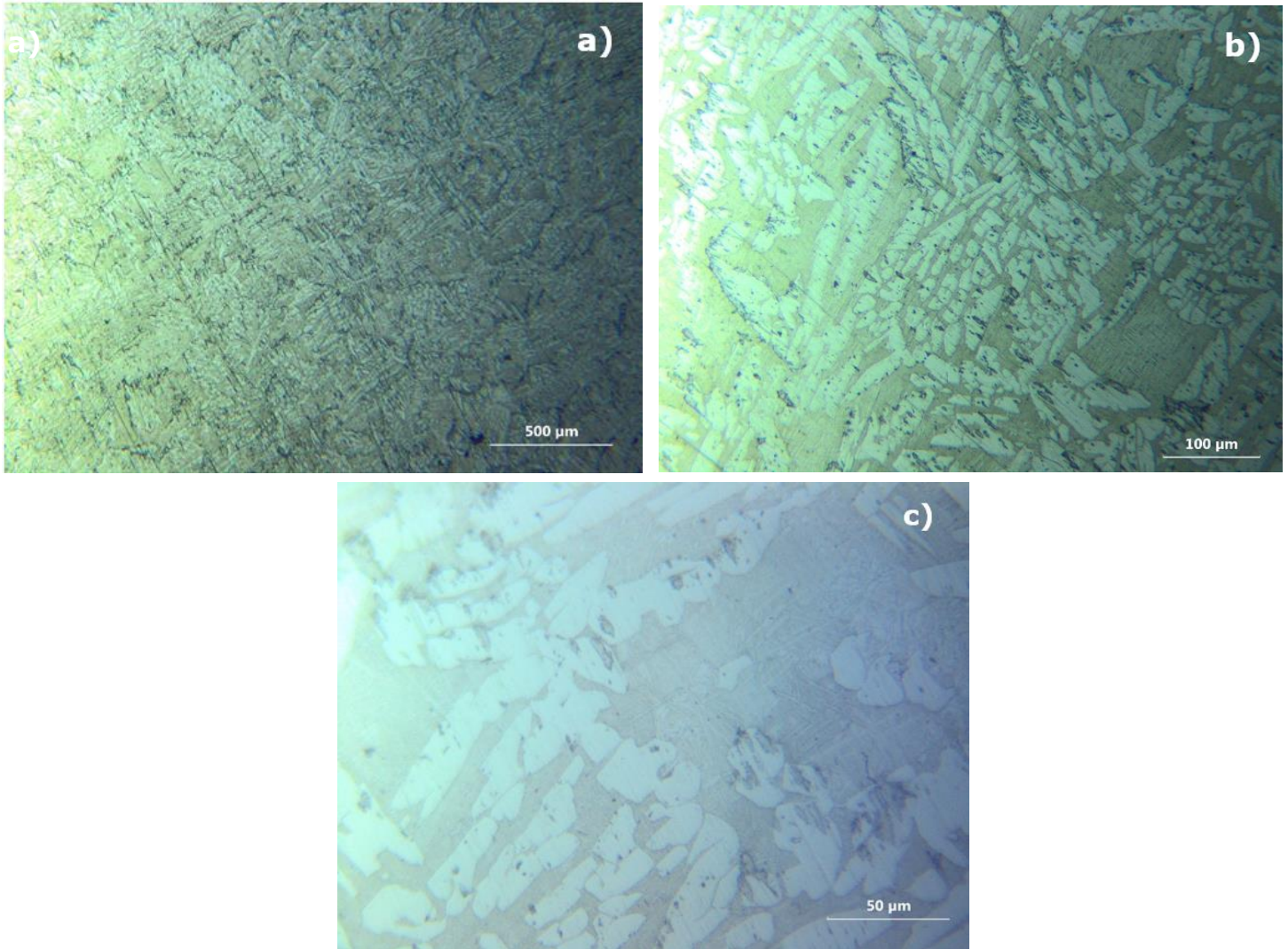


Figura 56. Microestructuras de la aleación Ti-6Al-4V en estado de entrega. a) Aumento de 5x, b) Aumento de 20x, c) Aumento de 50x.

Temple en agua

En esta sección se presenta un catálogo de imágenes de la aleación Ti-6Al-4V templada en agua, observada a diferentes aumentos.

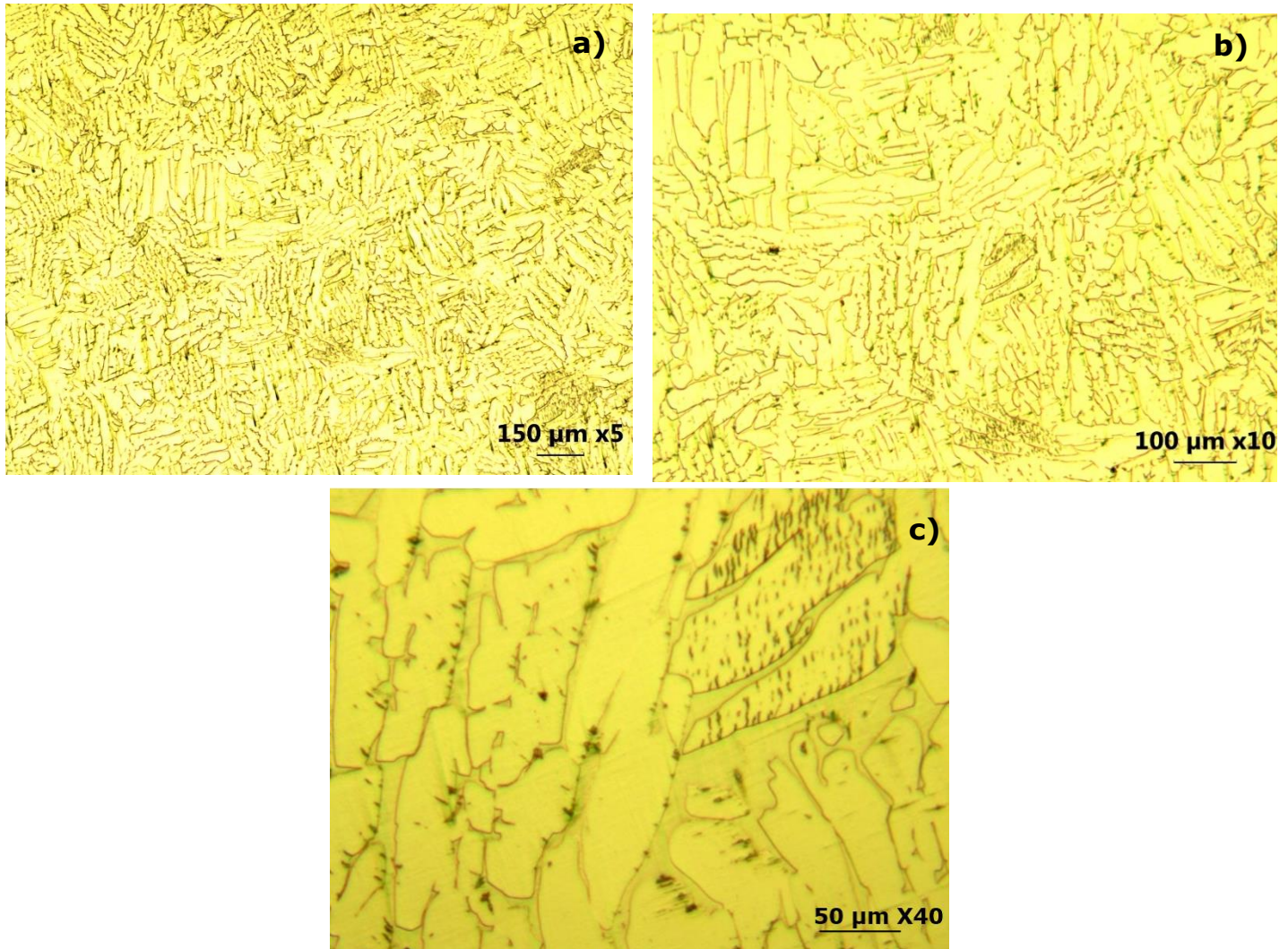


Figura 57. Microestructuras de la aleación Ti-6Al-4V con tratamiento de temple en agua. a) Aumento de 5x, b) Aumento de 10x, c) Aumento de 40x.

8. Referencias

[1] C. Leyens, M. Peters. (2003). *Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications*, Wiley VCH.

- [2] Youssef, M. T., Diab, M. R., Oraby, A. H., & Yoshida, T. Tribological performance of quenched diamond coatings on pure titanium under dry sliding conditions. *Materials Letters*, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2025.139592>
- [3] Figura obtenida en <https://www.richconn-cnc.com/es/titanium-vs-stainless-steel.html>
- [4] Ortolá, S. *Manual del Titanio y sus Aleaciones. Ingeniería de Materiales*. (03 Marzo 2012). <https://ingenieriademateriales.wordpress.com/2012/03/03/manual-del-titanio-y-sus-aleaciones/>
- [5] Callister, W. D., Jr., & Rethwisch, D. G. *Materials science and engineering: An introduction (10th ed.)*. Wiley, (2018).
- [6] R. Boyer, G. Welsch, E. W. Collings, *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*: ASM International, 1998.
- [7] M. J. Donachie, *Titanium. A Technical Guide*, USA, ASM International, 1988.
- [8] Lütjering, G., 1998. "Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ($\alpha+\beta$) titanium alloys". *Materials Science and Engineering: A*, 243(1-2).
- [9] Hernán Felipe Leonidas Valenzuela Arancibia. "Estudio de pre-factibilidad técnica y económica de la manufactura aditiva por haz de electrones como método de fabricación de prótesis médica a partir de polvos de Ti6Al4V". Tesis Doctoral. Universidad Técnica Federico Santa María.
- [10] González Díez, F. (2022). Investigación del proceso metalúrgico de conformado láser para el desarrollo de implantes de titanio grado 23: Mejora de la resistencia a la corrosión y de la osteointegración (*Trabajo fin de máster*). Universidad de Valladolid.
- [11] Hou, N., Zhang, Y., Wang, M., Huang, S., & Kong, X. (2022). Discrete characteristic and edge effect during subsurface microhardness measurement of Ti-6Al-4V alloy. *Materials Research Express*, 9, 116503. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ac9bd6>
- [12] Fontana, M. G. *Corrosion engineering* (3rd ed.). McGraw-Hill, 1987.
- [13] Xie, Z., Ding, X., Li, K., Wang, S., Wei, W., & Jia, S. Comparison of the corrosion resistance of titanium in different solutions: Insights from reactive molecular dynamics simulation. *Computational Materials Science*, 2026. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2025.114263>
- [14] Roberge, P. R. *Handbook of corrosion engineering*. McGraw-Hill, USA. 1999.

- [15] Stansbury, E. E., & Buchanan, R. A. *Fundamentals of electrochemical corrosion*. ASM International, 2000.
- [16] ASTM Internacional. (2015). *ASTM G102-89R15E01: Standard practice for calculation of corrosion rates and related information from electrochemical measurements*, ASTM Internacional.
- [17] Genesca, J. (Ed.). *Técnicas electroquímicas para el control y estudio de la corrosión*. Facultad de Química, UNAM, 2002.
- [18] Bellezze, T., Giuliani, G., & Roventi, G. (2018). *Study of stainless steels corrosion in a strong acid mixture. Part 1: cyclic potentiodynamic polarization curves examined by means of an analytical method*. *Corrosion Science*, 130, 113–125. <http://dx.doi.org/10.1016/j.corsci.2017.10.012>
- [19] Struers. (s. f.). *Información sobre metalografía de titanio y aleaciones de titanio*. <https://www.struers.com/es/Knowledge/Materials/Titanium#grindingpolishing>
- [20] ASTM Internacional. (2020). *ASTM G3-14: Standard practice for calculation of conventions applicable to electrochemical measurements in corrosion testing*, ASTM Internacional.
- [21] ASTM Internacional. (2021). *ASTM G5-14: Standard reference test method for making potentiodynamic anodic polarization measurements*, ASTM Internacional.
- [22] ASTM Internacional. (2007). *ASTM E407-23: Standard practice for microetching metals and alloys*, ASTM Internacional.
- [23] ASTM Internacional. (2022). *ASTM E384-22: Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*, ASTM Internacional.
- [24] Delgado Gordillo, J. (2018). *Estudio de la influencia sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de la altura de fabricación para la aleación Ti6Al4V ELI procesada mediante la tecnología aditiva Electron Beam Melting (Trabajo fin de máster)*. Universitat Politècnica de València.
- [25] ASM International. (1984). *Metals handbook (Desk edition)*. ASM International.
- [26] Feng, Z., Yang, Y., Xu, Z., & Shi, Q. (2018). *Effect of martensitic transformation on elastic modulus anisotropy of Ti-6Al-4V alloy*. *Materials Research*, 21(4), e20180197. <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2018-0197>
- [27] Sugahara, T., Reis, D. A. P., Moura Neto, C., Barboza, M. J. R., Perez, E. A. C., Piorino Neto, F., & Hirschmann, A. C. O. (2010). *The effect of Widmanstätten and*

equiaxed microstructures of Ti-6Al-4V on the oxidation rate and creep behavior. *Materials Science Forum*, 636–637, 657–662.

<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.636-637.657>

[28] Elshaer, R. N., El-Hadad, S., & Nofal, A. (2023). Influence of heat treatment processes on microstructure evolution, tensile and tribological properties of Ti-6Al-4V alloy. *Scientific Reports*, 13, Article 11292. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-38250-2>

[29] Pinke, P., & Kováčová, A. (2005). The influence of heat treatment on the microstructure of the casted Ti6Al4V titanium alloy. *Manufacturing Technology*, 5, 47–50. Slovak University of Technology in Bratislava.

[30] Ghozali Suprobo, Park, N., & Baek, E. R. (2019). Effect of double stage solution treatment on the volume fraction of massive phase (α_m) as a new method to obtain a fine lamellar α/β in Ti-6Al-4V alloy. *Intermetallics*, 111, 106581. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2019.106581>

[31] Zhong, C., Liu, J., Zhao, T., Schopphoven, T., Fu, J., Gasser, A., & Schleifenbaum, J. H. (2020). Laser metal deposition of Ti6Al4V—A brief review. *Applied Sciences*, 10, 764. <https://doi.org/10.3390/app10030764>

[32] Porter, D. A., Easterling, K. E., & Sherif, M. Y. (2009). *Phase transformations in metals and alloys* (3rd ed.). CRC Press.

[33] Belan, J., Uhříčik, M., Hanusová, P., & Vaško, A. (2020). The Ti6Al4V alloy microstructure modification via various cooling rates, its influence on hardness and microhardness. *Manufacturing Technology Journal*, 20(5), 560-565. <http://doi.org/10.21062/mft.2020.095>

[34] Omoniyi, P. O., Akinlabi, E. T., Mahamood, R. M., & Jen, T. C. (2021). Corrosion resistance of heat treated Ti6Al4V in NaCl. *Chemical Data Collections*, 36, 100780. <https://doi.org/10.1016/j.cdc.2021.100780>