



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO**



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

**“MEDICIÓN DEL POTENCIAL TERMOELÉCTRICO PARA
CARACTERIZAR LA ANISOTROPÍA DE UNA ALEACIÓN
DE TITANIO”**

**TESIS
PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO QUÍMICO**

**Presenta
MARÍA DE LOURDES CARREÓN GARCIDUEÑAS**

**Asesor Interno
Jaime Espino Valencia**

**Asesor Externo
Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas**

MORELIA, MICH.

FEBRERO DE 2008

Dedicado a mis padres Guillermo e Irma, mis hermanos Memo, Moy y Lupita y con especial cariño a mi esposo e hija: Enrique y Lucía.

AGRADECIMIENTOS

A Dios por darme la vida y permitirme terminar mis estudios.

A mis padres Guillermo e Irma por su amor y por haberme dado el ejemplo que ha normado mis actos.

A mis hermanos Memo, Moy y Lupita por que siempre me han motivado a seguir adelante.

A mi esposo Enrique por su apoyo incondicional y sus palabras de ánimo cuando más las necesito; y por su puesto a mi hija Lucía mi principal motivo para seguir adelante.

A mis profesores de la FIQ: M.C. Salvador Pérez Díaz y DRA. Maricela Villicaña Mendez por haberme transmitido un poco de sus invaluable conocimientos y por sus valiosas observaciones las cuales me ayudaron a perfeccionar este trabajo.

De manera especial a mis asesores: DR. Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas y DR. Jaime Espino Valencia por su paciencia además del apoyo y tiempo que me dedicaron en el desarrollo de este trabajo.

Finalmente quiero agradecer al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología CONACYT por el apoyo económico que me proporcionó durante la realización de este trabajo.

INDICE

GLOSARIO.....	v
ACRÓNIMOS.....	viii
LISTA DE TABLAS.....	ix
LISTA DE FIGURAS.....	x
RESUMEN.....	xii
1. INTRODUCCIÓN.....	xiii
2. GENERALIDADES.....	1
2.1. El Titanio y sus aleaciones.....	1
2.1.1. Metalurgia Física del Titanio y sus aleaciones.....	3
2.2. Tratamientos térmicos simples.....	4
2.2.1. Recocido de proceso o de eliminación del trabajo en frío.....	4
2.2.2. Normalizado, temple y recocido isotérmico.....	7
2.2.3. Trabajado en frío.....	8
2.2.4. Esfuerzos residuales y agrietamiento.....	10
2.2.5. Envejecimiento natural y artificial.....	10
2.3. Clasificación de las aleaciones de Titanio.....	11
2.3.1. Aleaciones Alfa.....	13
2.3.2. Aleaciones cercanas a Alfa.....	13
2.3.3. Aleaciones Alfa/Beta ($\alpha + \beta$).....	14
2.3.4. Aleaciones Beta, cercanas a Beta y Beta metaestables.....	14
2.3.5. Ti-6Al-4V.....	16
2.3.6. Diagrama de fases.....	16
2.4. Comportamiento mecánico del Titanio y sus aleaciones.....	19
2.4.1. Modos de deslizamiento en metales HCP.....	20
2.5. Textura.....	22
2.5.1. Textura en el rolado en frío.....	25
2.5.2. Termoelectricidad.....	26
2.5.3. Potencial Termoeléctrico (PTE).....	28
2.5.4. Efecto Seebeck.....	31
2.5.5. Fenómeno de difusión de electrones.....	34
2.5.6. Fenómeno Anisotrópico.....	34
2.5.7. Fenómeno de Birrefringencia.....	35
3. ANTECEDENTES.....	37
4. JUSTIFICACION.....	40
5. OBJETIVOS.....	43
6. HIPOTESIS.....	44
7. DESARROLLO DEL TRABAJO.....	45
7.1. Procedimiento Experimental.....	45
7.1.2. Velocidad ultrasónica.....	48
7.1.3. Calibración del Equipo.....	52
7.1.4. Procedimiento de calibración para las mediciones realizadas con la punta de Cu.....	53

7.1.5. Procedimiento de calibración para las mediciones realizadas con la punta de Au.....	56
8. RESULTADOS.....	59
8.1. Resultados obtenidos con la punta de Au.....	62
8.2. Resultados obtenidos con la punta de Cu.....	65
8.3. Resultados obtenidos con la ecuación de Fourier.....	68
9. ANÁLISIS.....	72
10-CONCLUSIONES.....	75
11. SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS.....	76
12. REFERENCIAS.....	77
13. APENDICES.....	82
APENDICE A.....	82
APENDICE B.....	84
APENDICE C.....	94

GLOSARIO

Análisis de figura de polo: es una técnica de microscopía electrónica de barrido especializada, llamada microscopía de orientación basada en difracción de rayos X, este tipo de análisis se utiliza para identificar texturas en diversos materiales diseñados.

Anisotrópico: Que tiene distintas propiedades en distintas direcciones.

Crecimiento de grano: Movimiento de límites de grano por difusión para reducir la cantidad de área de límite de grano.

Diagrama pseudobinario: En estos diagramas se representan los equilibrios entre tres o más componentes usando dos compuestos. Con frecuencia, se encuentran estos diagramas en los sistemas cerámicos y metálicos.

Dislocaciones: Son imperfecciones lineales en un cristal que de otra manera sería perfecto.

Dislocaciones de borde o arista: Una dislocación de borde se puede ilustrar haciendo un corte parcial en un cristal perfecto, abriendo el cristal y llenando en parte el corte con un plano adicional de átomos. La orilla inferior de este plano insertado representa la dislocación de borde.

Dislocación de tornillo: La dislocación de tornillo se puede ilustrar haciendo un corte parcial en un cristal perfecto y, a continuación, torciendo ese cristal una distancia atómica.

Envejecimiento artificial: Es un tratamiento térmico que consiste en calentar una aleación para producir la precipitación y posteriormente enfriar en horno.

Envejecimiento natural: Algunas aleaciones tratadas por solubilización y templadas envejecen a la temperatura ambiente; esto se conoce como envejecimiento natural. Este requiere de largos periodos para alcanzar la resistencia máxima.

Familia de planos: Planos cristalográficos que presentan las mismas características, aunque su orientación sea diferente. Se indican con llaves { }.

Timetal: Aleación formada por 3.0% de Al, 2.6% de Nb, 15% de Mo, 0.2% de Si y el resto de Ti.

Fase metaestable: Material, como líquido subenfriado, que existe bajo condiciones fuera de equilibrio. Una fase metaestable suele formarse sólo en una dirección, por ejemplo, el agua subenfriada se puede formar enfriando agua debajo de la temperatura de congelación pero no calentando hielo.

Grano: Cristal pequeño en un material policristalino.

Índices de Miller: Notación abreviada para describir ciertas direcciones y planos cristalográficos en un material. Se anotan entre corchetes [], paréntesis (), llaves { } o entre < >; según sea el caso. Un número negativo se representa con una raya arriba del número.

Límites de Grano: Regiones entre granos de un material policristalino.

Maleabilidad: Capacidad de una aleación metálica de formar láminas.

Material policristalino: Material formado por muchos granos, pero asociados al mismo sistema cristalino.

Matriz: Fase suave por lo general continúa y está presente en mayores cantidades. En las aleaciones endurecidas por dispersión simples, se introducen partículas diminutas de una fase, en general muy fuerte y dura, en una segunda fase, que es más débil pero más dúctil.

Reacción eutéctica: Reacción invariante de tres fases, en la que una fase líquida se solidifica y produce dos fases sólidas.

Reacción eutectoide: Reacción invariante de tres fases en la que se transforma una fase sólida en dos fases sólidas distintas.

Recocido: Es posible reducir la densidad de dislocaciones, en forma apreciable, calentando un material a una temperatura relativamente alta y manteniéndolo en ella durante largo tiempo. A este tratamiento se le llama recocido y se usa para impartir ductilidad a los materiales metálicos.

Solución Sólida: Una solución sólida no es una mezcla. Una mezcla contiene más de una clase de fase cuyas características se mantienen cuando se forma la mezcla. En contraste, los componentes de una solución sólida se disuelven por completo entre sí y no retienen sus características individuales.

Temperatura de recristalización: Es la temperatura a la que los granos de la microestructura trabajada en frío comienzan a transformarse en nuevos granos, equiáxicos y sin dislocaciones.

Temperatura Solvus o de Sólido: para las aleaciones de cobre-níquel, es aquella por debajo de la cual esa aleación es 100% sólida.

Vector de Burgers: Es el vector que es paralelo a las dislocaciones y cierra circuitos en sentido de las manecillas de reloj.

ACRÓNIMOS

σ = conductividad eléctrica

κ = conductividad térmica

ϵ y $\bar{\epsilon}$ = coeficientes térmicos acoplados

S = potencial termoeléctrico absoluto

k = corriente eléctrica cero

T = temperatura

$\eta = \sigma S^2 T / k$ = factor adimensional

C = calor específico

Th = temperatura de la punta caliente

Tc = temperatura ambiente

S_s = potencial termoeléctrico absoluto del espécimen

S_R = potencial termoeléctrico absoluto del electrodo de referencia

V = voltaje

e = carga del electrón

E = energía del electrón

E_f = energía de Fermi

K_B = constante de Boltzmann

ΔV = diferencia de voltaje

ΔT = diferencia de temperatura

E_{av} = energía promedio por electrón

δx = diferencia de longitud

PTE = potencial termoeléctrico

HSLA = Aceros de baja aleación con alta resistencia, por sus siglas en inglés:

High Strength Low Alloy Steel

END = Ensayos no destructivos

Deg = grados de corrimiento de la medición

LISTA DE TABLAS

Tabla 2.1.	Algunas propiedades del Titanio y sus aleaciones.....	2
Tabla 2.2.	Sumario de grados y aleaciones comerciales y semicomerciales del Titanio.....	12
Tabla 7.1.	Mediciones realizadas a los especímenes con la punta de Cu.....	53
Tabla 7.2.	Mediciones realizadas a las probetas de referencia con la punta de Cu.....	53
Tabla 7.3.	Valores utilizados para la regresión lineal.....	54
Tabla 7.4.	Mediciones realizadas a los especímenes con la punta de cobre en la modalidad de baja sensibilidad.....	54
Tabla 7.5.	Valores utilizados para la regresión lineal en la modalidad de baja sensibilidad.....	55
Tabla 7.6.	Resumen de mediciones obtenidas para la calibración con la punta de Cobre.....	55
Tabla 7.7.	Resumen de las mediciones obtenidas para la calibración con la punta de Oro.....	56
Tabla 8.1.	Tiempos de propagación de onda para especímenes rolados en frío.....	59
Tabla 8.2.	Tiempos de propagación de onda para especímenes recocidos.....	60
Tabla 8.3.	Diferencia relativa de tiempos de propagación de onda en especímenes rolados en frío y recocidos.....	60
Tabla 8.4.	PTE de los especímenes de Ti-6Al-4V a diferentes espesores medidos con la punta de oro.....	63
Tabla 8.5.	Resumen de las mediciones del potencial termoeléctrico para los especímenes medidos con la punta de cobre rolados en frío y recocidos.....	66
Tabla 8.6.	Flujos de calor obtenidos con la ecuación de Fourier.....	71

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1.	Producción comercial del Titanio.....	3
Figura 2.2.	Representación esquemática de la formación de metales durante el proceso de rolado.....	9
Figura 2.3.	Diagrama esquemático de fase Pseudo Binario.....	18
Figura 2.4.	Diagrama de transformación Tiempo vs. Temperatura.....	18
Figura 2.5.	Planos Prismático, Basal y Piramidal en estructuras hexagonales.....	20
Figura 2.6.	Sistemas de deslizamiento en el alfa Titanio.....	21
Figura 2.7.	Texturas en materiales hcp como una función de relaciones c/a (esquemáticamente).....	23
Figura 2.8.	Textura ideal del componente rolado en frío $\{2115\}\{1010\}$...	24
Figura 2.9.	Texturas Típicas.....	25
Figura 2.10.	Diagrama esquemático de las mediciones termoeléctricas más comúnmente usadas en la caracterización no destructiva de materiales (prueba de doble punta).....	29
Figura 2.11.	Efecto Seebeck. Gradiente de temperatura en un conductor.....	32
Figura 2.12.	Elemento Diferencial.....	33
Figura 2.13	Configuración geométrica para la medición de la birrefringencia por medio de la velocidad transversal.....	35
Figura 2.14	Fraccionamiento de la señal ultrasónica transversal en los componentes rápido y lento cuando la dirección de polarización es entre las direcciones puras debido a la birrefringencia.....	36
Figura 2.15.	Voltaje termoeléctrico producido por un termopar recocido hecho con hilos de cobre puro tensados en frío..	37
Figura 2.16.	Anisotropía en Materiales no cúbicos.....	38
Figura 2.17.	Dependencia de la orientación con el potencial termoeléctrico en una lámina de Ti-6Al-4V rolada en frío...	39
Figura 7.1.	Láminas utilizadas en la experimentación de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm de espesor.....	46
Figura 7.2.	Arreglo geométrico del espécimen y el sistema cartesiano de coordenadas usado en las mediciones del PTE.....	47
Figura 7.3.	Tren de ecos recibidos por la pared posterior del espécimen.....	49
Figura 7.4.	Osciloscopio Hewlett Packard 54602A, Pulser/Receiver Panametrics 5072PR y transductor de corte Panametrics V222-BB 20/0.25”	50
Figura 7.5.	TermoSorter Walker Scientific, Inc.....	50
Figura 7.6.	Forma correcta en la que se realiza la medición.....	51
Figura 7.7.	Curva de calibración para el Cobre.....	56

Figura 7.8.	Curva de calibración para el Oro.....	57
Figura 7.9.	Coeficientes Seebeck absolutos en función de la temperatura para distintos materiales usados comúnmente en la construcción de termocuplas.....	58
Figura 8.1.	Mediciones de la onda de corte debido al fenómeno de birrefringencia en la dirección de rolado del espécimen....	61
Figura 8.2.	Evaluación termoeléctrica de la textura usando la punta de oro en especímenes de Ti-6Al-4V de 1.6, 3.2 y 6.4 mm de espesor.....	64
Figura 8.3.	Evaluación termoeléctrica de la textura usando la punta de cobre en especímenes de Ti-6Al-4V de 1.6, 3.2 y 6.4 mm de espesor.....	67
Figura 9.1	Diferencia relativa en las mediciones del PTE en especímenes de Ti-6Al-4V rolado en frío con diferentes grados de deformación antes (con textura) y después (sin textura) del tratamiento térmico (recocido).....	73
Figura 9.2	Microestructura del espécimen de Ti-6Al-4V con una reducción de espesor de 1.6 mm antes y después del recocido a 500x.....	74

MEDICIÓN DEL POTENCIAL TERMOELÉCTRICO PARA CARACTERIZAR LA ANISOTROPÍA DE UNA ALEACIÓN DE TITANIO

RESUMEN

En este trabajo se reportan los datos experimentales de la sensibilidad intrínseca basada en el efecto Seebeck, mediante la técnica de contacto termoeléctrica para detectar la presencia de textura en especímenes de Ti-6Al-4V rodados en frío y recocidos. Los espesores empleados en los especímenes fueron de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm.

Los especímenes fueron recocidos a 760 °C por 4 horas. Se realizaron mediciones ultrasónicas de las velocidades de las ondas de corte y se estableció una correlación directa con las mediciones del PTE.

Los resultados del PTE muestran que en general los especímenes recocidos (sin textura) presentan menor anisotropía comparados con los resultados obtenidos para los rodados en frío, lo cual indica que existe una mejor propagación de las ondas de corte. Este efecto es interesante sobre todo si se aplica al diseño de equipos industriales específicos.

CAPITULO 1

INTRODUCCIÓN

A pesar de haber sido descubierto el titanio a principios de 1790, fue hasta finales de 1940 que se comenzó a mostrar un interés acelerado por éste y sus aleaciones como materiales estructurales. Debido a su resistencia a altas temperaturas, por su alto cociente resistencia/densidad y por presentar resistencia a la corrosión, lo cual hace evidente sus aplicaciones en aeronáutica [Boyer et al., 1994; Froes, 1990], el titanio a llegado a ser utilizado para diversos e importantes propósitos. Su gran desventaja es su alto costo comparado con otros materiales, lo cual restringe las aplicaciones del titanio en el mercado. Para cambiar esta perspectiva, ha invertido tiempo y dinero en investigaciones para disminuir los costos de producción, mejorando así las tecnologías de extracción y proceso.

El titanio y otros materiales con estructura cristalina hexagonal desarrollan texturas que conducen a una anisotropía plástica pronunciada de la muestra policristalina [Phillipe, 1995; Zaefferer, 2003]. Existen varios factores que pueden causar la anisotropía en los metales, entre ellos están: la morfología de grano [Kocks y Chandra, 1982], la precipitación de una segunda fase [Mizera et al., 1996; Crosby et al., 2000], y elementos de aleación sustitutos [Phillipe, 1988]. Como consecuencia, la deformación de la textura puede variar con pequeños cambios de la composición del material [Zaefferer, 2003].

Los investigadores [Crosby et al., 2000; Fjeldly y Roven, 1996] concuerdan con que las texturas cristalográficas son resultado de un proceso termomecánico, como laminado frío o caliente, el cual es directamente responsable de la anisotropía en las aleaciones de metales. Además, si los materiales presentan anisotropía se favorecen sus propiedades mecánicas [Zhu, 1997].

En este trabajo, se pretende relacionar las mediciones del potencial termoeléctrico absoluto con la presencia de textura en diversos especímenes de Ti-6Al-4V. Lo cual resulta en un método práctico y económico de caracterizar la textura.

Para ello, se midió el potencial termoeléctrico absoluto (PTE) en especímenes rodados en frío, para observar la anisotropía del potencial termoeléctrico y después se les aplicó el tratamiento térmico de recocido, lo cual derivó en la desaparición de la anisotropía del potencial termoeléctrico debido a la ausencia de textura. Así pues, esta técnica nos permite caracterizar de manera no costosa y sencilla, una aleación que tienen muchas aplicaciones importantes en la industria aeroespacial, energética, de procesos químicos y en la industria aeronáutica [Sálan Ballesteros N.; 2005]

CAPITULO 2

2.1. El Titanio y sus aleaciones

El titanio es el cuarto metal estructural más abundante y el noveno elemento más abundante, constituyendo cerca del 0.6% de la corteza terrestre. Se encuentra en muchas formas minerales, pero sólo tres presentan un interés económico significativo: leucoxeno, rutilo e ilemita. El Titanio fue descubierto (como rutilo) por W. Gregor en 1791 y por M. H. Klaproth en 1795 [Boyer, Welsch y Collings, 1994] que llamó al metal Titán [Bomberger, Froes y Morton, 1985; Ogdorn y Gonser, 1956; McQuillan y McQuillan, 1956], relacionándolo con el Dios de la mitología griega. El primer proceso de extracción del Titanio de su mineral fue desarrollado por W.J. Kroll [Hunter, 1910]. A finales de 1940 y a principios de 1950 se incremento el interés por el Titanio y sus aleaciones como materiales estructurales, así como por la resistencia a altas temperaturas, por su cociente esfuerzo/densidad y por ser materiales resistentes a la corrosión, por todas estas características, sus aplicaciones en aeronáutica comenzaron a ser evidentes [Froes, 1990; Boyer, Welsch y Collings, 1994]. Debido a este conjunto de características (ver tabla 2.1), actualmente, el Titanio y sus aleaciones son extensamente usados en la industria aeroespacial, sobre todo en la mayoría de los componentes estructurales incluyendo armaduras de aviones y elementos de motores, aunque también tiene muchas otras aplicaciones. Como metal, en automóviles, equipo deportivo como partes de yates, raquetas de tenis y marcos de bicicletas, relojes, y en equipo industrial.

El hecho de no ser tóxico lo hace útil para implantes quirúrgicos tales como: marcapasos, empalmes artificiales y pernos en huesos. Sin embargo, el uso del Titanio está muy limitado por su alto costo de extracción y de producción en comparación con otros materiales como el aluminio, el acero inoxidable y otros aceros.

Generalidades

Además este material, el Ti-6Al-4V es ampliamente usado en la industria energética en la construcción de sistemas de intercambio térmico debido principalmente a sus características de resistencia mecánica y química. Además es muy utilizado en la industria de procesos químicos en la fabricación de reactores químicos y columnas de fraccionamiento debido a la gran resistencia a la corrosión que tiene esta aleación.

Tabla 2.1. Algunas propiedades del Titanio y sus aleaciones

Alto cociente esfuerzo/peso

Resistente a la corrosión

Alto punto de fusión (1660° C)

No tóxico

El dióxido de titanio es una de las sustancias más blancas y más brillantes

Proporciona protección de rayos UV

El dióxido de Titanio es una de las sustancias más blancas y brillantes conocidas. Debido a sus propiedades reflexivas, el dióxido de titanio, da brillo a los colores y proporciona protección UV. Algunos usos del dióxido de titanio son: en pinturas (reemplazando el uso del plomo), lacas, papel, plásticos, tinta, caucho, textiles, cosméticos, cuero, colorantes para alimentos y cerámicos. También es usado como capa en barras de soldadura.

El proceso comercial básico de producción del Titanio (figura 2.1) [Castello G.A.; 2005] empieza con la extracción, la cual involucra el tratamiento del mineral (leucóxeno, rutilo o ilemita) con gas cloro para producir tetracloruro de Titanio, el cual es purificado y reducido hasta lo que es conocido como esponja de Titanio. Posteriormente, la esponja es mezclada con los elementos de aleación y fusionada a vacío, dando origen a un lingote. Después de obtener un lingote homogéneo, es procesado en formas y tamaños deseados, típicamente por forja seguido de laminado.

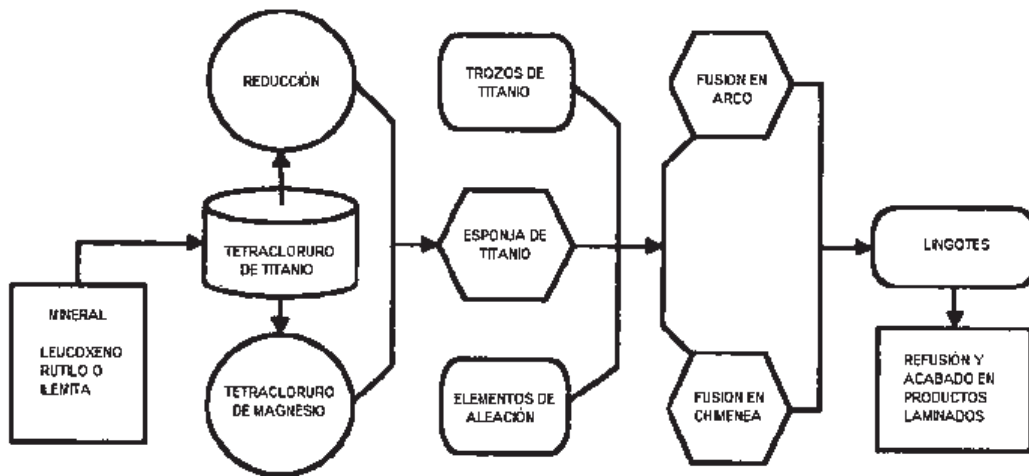


Figura 2.1. Producción comercial del Titanio

2.1.1. Metalurgia física del titanio y sus aleaciones

El Titanio es un elemento alotrópico, esto quiere decir que existe en más de una forma cristalográfica. A temperatura ambiente, el Titanio exhibe una estructura cristalina hexagonal compacta (hcp), referida como *fase alfa*. Sin embargo, mientras la temperatura aumenta por el orden de 882.5° C (1621° F) [Collings, 1994], el titanio puro experimenta una transformación alotrópica de la *fase alfa* (hcp) a una de estructura cristalina cúbica de cuerpo centrado (bcc), llamada *fase beta*. La temperatura a la cual ocurre esta transformación es conocida como beta transus y es definida como la temperatura de equilibrio más baja a la cual el material es 100% fase beta (bcc). La adición de un elemento de aleación al Titanio puro puede provocar que la temperatura de transformación aumente y luego disminuya o bien que permanezca sin afectar. Estos elementos son conocidos como estabilizadores alfa o beta. El grupo de elementos de transición a favor de la *fase α* y que la estabiliza mediante un aumento de la temperatura beta-transus incluye al aluminio, galio, germanio, carbono, oxígeno y nitrógeno. La *fase beta* se estabiliza por la adición de elementos que promueven la disminución de la temperatura beta-transus. Estos elementos se clasifican en dos grupos: los β

isomorfos y los eutécticos. El primer grupo esta formada por elementos que son miscibles en la fase β como: molibdeno, vanadio, tantalio y niobio. El segundo grupo esta formado por aquellos que forman sistemas eutécticos con el titanio, con temperaturas eutécticas a 550° C. y entre ellos están: el manganeso, hierro, cromo, cobalto, níquel, cobre y silicio.

2.2. Tratamientos Térmicos Simples

Cuatro tratamientos térmicos simples –el recocido de proceso, el recocido total, el normalizado y el recocido de esferoidización- son de uso común para las aleaciones. Estos tratamientos térmicos se utilizan para alcanzar uno de tres objetivos: 1) eliminar los efectos del trabajado en frío, 2) controlar el endurecimiento por dispersión o 3) mejorar la maquinabilidad. [Askeland, D.R. y, Phulé, P.P.; 2003]

2.2.1. Recocido de proceso o de eliminación del trabajo en frío

Este tratamiento térmico consiste en la aplicación controlada de energía térmica, con la finalidad de llevar la temperatura de un metal arriba de la temperatura crítica, lo cual nos permite eliminar de manera significativa los esfuerzos residuales.

Etapas del recocido

El trabajado en frío es un mecanismo útil de endurecimiento. Sin embargo, el trabajo en frío causa algunos efectos que a veces no se desean. Por ejemplo, la pérdida de ductilidad o el desarrollo de esfuerzos residuales podrán no ser adecuados en algunas aplicaciones. Como el trabajo en frío o el endurecimiento por deformación se deben a una mayor densidad de dislocaciones, se puede suponer que cualquier tratamiento para reordenar a aniquilar las dislocaciones podría comenzar a deshacer los efectos del trabajo en frío.

El recocido es un tratamiento térmico para eliminar algunos o todos los efectos del trabajo en frío. Se puede usar el recocido a baja temperatura para eliminar los

Generalidades

esfuerzos residuales que se producen durante el trabajo en frío, sin afectar las propiedades mecánicas de la parte terminada; también se puede usar para eliminar por completo el endurecimiento por deformación que se desarrolla durante el trabajo en frío. En este caso, la parte obtenida es suave y dúctil, pero sigue teniendo un buen acabado superficial y exactitud dimensional. Después de recocer, podría hacerse más trabajo en frío, porque se restituye la ductilidad; al combinar ciclos repetidos de trabajo en frío y recocido, se pueden alcanzar deformaciones totales grandes.

El proceso de recocido se puede dar mediante las siguientes etapas:

Recuperación: La microestructura original con trabajo en frío se compone de granos deformados que contienen una gran cantidad de dislocaciones enredadas. Cuando un espécimen se calienta, la energía térmica permite que las dislocaciones se muevan o formen las fronteras de una estructura subgranular poligonizada. Sin embargo, la densidad de dislocaciones virtualmente no cambia. Este tratamiento a baja temperatura elimina los esfuerzos residuales causados por el trabajo en frío, sin causar cambio en la densidad de dislocaciones, y se llama recuperación. Las propiedades mecánicas del metal permanecen casi inalteradas, porque la cantidad de dislocaciones no se reduce durante la recuperación. Sin embargo, los esfuerzos residuales se reducen, o incluso se eliminan cuando se rearreglan las dislocaciones; con frecuencia a la recuperación se le llama recocido de eliminación de esfuerzos, recocido de relevado de esfuerzos. Además, la recuperación restablece la alta conductividad eléctrica al metal, lo cual permite fabricar alambre de cobre o aluminio para la transmisión de energía eléctrica, que sea resistente y que al mismo tiempo tenga conductividad alta. Por último, el recocido mejora con frecuencia la resistencia del material a la corrosión.

Recristalización: Cuando un material trabajado en frío se calienta más allá de cierta temperatura crítica, la recuperación rápidamente elimina los esfuerzos residuales y produce la estructura poligonizada de dislocaciones. Entonces se nuclear nuevos y pequeños granos en los límites de celda de la estructura

Generalidades

poligonizada y se elimina la mayoría de las dislocaciones. Como se reduce mucho la cantidad de dislocaciones, el metal recristalizado tiene baja resistencia, pero gran ductilidad. La temperatura a la que aparece una microestructura de nuevos granos con muy baja densidad de dislocaciones se llama *temperatura de recristalización*. El proceso de formación de nuevos granos por tratamiento térmico de un material trabajado en frío se llama *recristalización*.

Crecimiento de grano: A temperaturas de recocido todavía mayores de la crítica, la recuperación y la recristalización se efectúan con rapidez y se produce una estructura granular recristalizada fina. Si la temperatura es suficientemente alta, los granos comienzan a crecer, y unos granos favorecidos consumen a los más pequeños. Este fenómeno se llama crecimiento de grano y está impulsado por la reducción del área de los límites de grano.

El proceso de recocido se debe controlar para obtener un grado de ductilidad. Para diseñar un tratamiento térmico adecuado para el recocido, es necesario conocer la temperatura de recristalización y el tamaño de granos recristalizados. La fuerza motriz para la recristalización es la diferencia entre la energía interna de un material frío y la de un material recristalizado. Es importante enfatizar que la temperatura de recristalización no es una temperatura fija, como la temperatura de fusión de un elemento puro, y está influida por una diversidad de variables de procesamiento:

1. La temperatura de recristalización disminuye cuando aumenta la cantidad de trabajo en frío. Las mayores cantidades de trabajo en frío hacen que el metal sea menos estable y promueven la nucleación de granos recristalizados. Hay una cantidad mínima de trabajo en frío, entre 30 y 40%, debajo de la cual no ocurrirá la recristalización.
2. Un menor tamaño de grano original trabajado en frío reduce la temperatura de recristalización, al propiciar más sitios, que eran los límites de grano anteriores, en los cuales se pueden nuclear nuevos granos.

3. Los metales puros se recristalizan a menores temperaturas que las aleaciones.
4. Al aumentar el tiempo de recocido se reduce la temperatura de recristalización, ya que se dispone de más tiempo para la nucleación y el crecimiento de los nuevos granos recristalizados.
5. Una mayor temperatura de fusión permite alcanzar una mayor temperatura de recristalización. [Askeland, D.R. y, Phulé, P.P.; 2003]

2.2.2. Normalizado, temple y recocido isotérmico

El normalizado es un recocido que se efectúa para proporcionar una buena y fácil mecanización de las piezas. El normalizado se efectúa antes del temple, ya que el resultado de éste depende del estado inicial de la estructura del material. También se realizan recocidos para la eliminación de tensiones a temperaturas inferiores al punto de transformación.

Muchas veces se efectúan recocidos en piezas que previamente fueron templadas y revenidas. Para ello debe elegirse una temperatura que logre la disminución de la dureza y la resistencia.

La temperatura baja exigida puede ser compensada por la duración del recocido. La velocidad de enfriamiento después del recocido tiene una gran importancia, ya que un enfriamiento rápido puede provocar nuevas tensiones y si es demasiado lento existe el peligro de fragilidad.

El temple consiste en calentar las aleaciones a una temperatura determinada por encima de su punto de transformación para lograr una estructura cristalina determinada, seguido de un enfriamiento rápido con una velocidad superior a la crítica, que depende de la composición de la aleación.

Para conseguir un enfriamiento rápido se introduce la aleación en agua, aceite, sales o bien se efectúa el enfriamiento con aire o gases. La velocidad de

enfriamiento depende de las características de la aleación y de los resultados que se pretenden obtener.

El recocido isotérmico se utiliza para modificar la repartición de los componentes de la estructura cristalina. Este recocido tal y como su nombre lo indica se efectúa a temperatura constante.

2.2.3. Trabajado en frío

Ya que las propiedades físicas, mecánicas y eléctricas de los materiales policristalinos están relacionadas con su arreglo atómico, no es sorprendente que la estructura del material pueda estar influenciada por el proceso de formación del metal. Este tipo de proceso de trabajo mecánico es generalmente aplicado después de que el metal es colado, de modo que es importante entender que este proceso actúa recíprocamente con la estructura y la no homogeneidad del material rolado, y de esta manera afecta las propiedades del material.

El rolado, es uno de los procesos más comúnmente usado en la formación de metales para reducir la no homogeneidad y para cambiar las propiedades de los materiales.

Algunos metales como el Titanio desarrollan microestructuras en las cuales los granos giran durante el proceso de rolado, como resultado, las direcciones cristalográficas se alinean en la dirección principal de rolado. Esta alineación cristalográfica, conocida como *textura*, puede resultar en un comportamiento anisotrópico del material. Así, las propiedades mecánicas y eléctricas son diferentes, dependiendo de si son medidas en dirección perpendicular o paralela a la dirección de rolado [Carreon H.; 2002].

Este proceso de trabajado del metal es usado para reducir el espesor del material de trabajo, comprimiéndolo entre dos rodillos. Cuando este proceso ocurre antes de la temperatura de recristalización del metal, es llamado rolado caliente,

Generalidades

mientras que cuando el rolado se lleva a cabo por debajo de esta temperatura se llama rolado en frío. La figura 2.2 muestra como la orientación preferencial se desarrolla a través de los efectos de las operaciones de rolado en los granos del material colado sin procesar y también muestra la diferencia en la microestructura que puede ser producida por el rolado del metal y que depende de varios factores tales como condiciones de rolado, la cantidad de la reducción, la composición química del material, etc. Además, es bien conocido que las condiciones de rolado son altamente significativas para la textura y las propiedades dependientes de la textura.

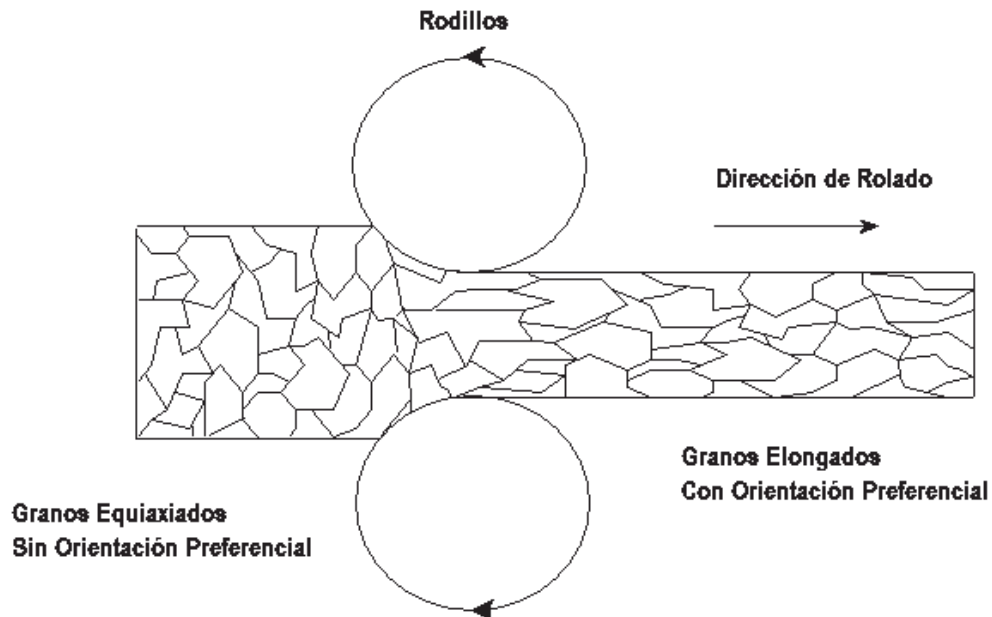


Figura 2.2. Representación esquemática de la formación de metales durante el proceso de rolado.

El Rolado en frío incrementa la densidad y altera la forma, pero no el tamaño promedio de grano. Durante este proceso se puede producir una distribución de textura no homogénea a lo largo del espesor de la placa y a través del espesor [Nagy P.B.;1999]. Esta no homogeneidad del material puede ocultar o reducir dramáticamente la detección y caracterización de imperfecciones en el material [Nagy P.B.;1999].

2.2.4. Esfuerzos residuales y agrietamiento

Con el cambio de volumen o con el trabajado en frío también se generan esfuerzos residuales. Se puede efectuar un recocido para eliminar o minimizar los esfuerzos residuales debidos al trabajo en frío. Los esfuerzos también se generan a causa de la dilatación y la contracción térmicas. En los aceros se presenta un mecanismo adicional que causa esfuerzos. Cuando los aceros se templen, la superficie del acero templado se enfría rápidamente, transformándose en martensita. Cuando posteriormente la austenita en el centro se transforma, la superficie dura queda sometida a la tensión, en tanto que el centro queda comprimido. Si los esfuerzos residuales exceden la resistencia de cadencia, en la superficie se forman grietas de temple. [Askeland, D.R. y, Phulé, P.P.; 2003]

2.2.5. Envejecimiento natural y artificial

El envejecimiento es un tratamiento térmico que permite endurecer aleaciones. Al envejecimiento tanto a 190° C como a 260° C se le conoce como envejecimiento artificial, puesto que se calienta la aleación para producir la precipitación. Algunas aleaciones tratadas por solubilización y templadas envejecen a la temperatura ambiente; esto se conoce como envejecimiento natural. El envejecimiento natural requiere de largos periodos, a veces varios días, para alcanzar la resistencia máxima. Sin embargo, esta resistencia máxima es superior a la obtenida en el envejecimiento artificial, y no ocurre sobre-envejecimiento.

No todas las aleaciones pueden ser endurecidas por envejecimiento. Deben satisfacerse cuatro condiciones para que una aleación tenga una respuesta de endurecimiento por envejecimiento durante el tratamiento térmico:

1. El sistema de la aleación debe mostrar una solubilidad sólida decreciente al reducirse la temperatura. En otras palabras, la aleación debe formar una sola fase al ser calentada por arriba del solvus y después pasar a una región de dos fases durante el enfriamiento.

Generalidades

2. La matriz deberá ser relativamente blanda y dúctil; el precipitado, duro y frágil. En la mayoría de las aleaciones endurecibles por envejecimiento, el precipitado es un compuesto intermetálico duro y frágil.
3. La aleación debe poder templarse. Algunas aleaciones no pueden enfriarse con rapidez suficiente para suprimir la formación del precipitado. El templado puede, sin embargo, introducir esfuerzos residuales que causan la distorsión en la pieza. Para minimizar esfuerzos residuales, las aleaciones de aluminio se templan en agua caliente a aproximadamente 80° C.
4. Debe formarse un precipitado coherente. [Askeland, D.R. y, Phulé, P.P.; 2003]

2.3. Clasificación de las aleaciones de Titanio

Las aleaciones de Titanio se clasifican, en base a su composición química, el porcentaje en peso de los elementos aleantes, y su efecto en la microestructura resultante a temperatura ambiente. Como un ejemplo, la razón por la cual el titanio puro es clasificado como titanio α , es debido al hecho de que a temperatura ambiente su microestructura esta completamente formada por granos con estructura cristalina hexagonal compacta (hcp). Un ejemplo de una aleación con doble fase es la de Ti-6Al-4V, la cual contiene a los dos estabilizadores, alfa y beta, como consecuencia las aleaciones “alfa + beta” exhiben cierta fracción volumétrica de la fase beta estabilizada a temperatura ambiente. La tabla 2.2 presenta un gran número de aleaciones comercialmente disponibles, ordenadas de acuerdo a su clasificación en alfa, cercana a alfa, “alfa + beta” y beta [Reed-Hill, 1992].

Generalidades

Tabla 2.2. Sumario de grados y aleaciones comerciales y semicomerciales de Titanio [Reed-Hill, 1992]

Designación	Esfuerzos de tensión (min)		0.2% resistencia de producción (min)		Límites de impureza, %peso (máx.)							Composición nominal, %peso					
	Mpa	ksi	MPa	ksi	N	C	H	Fe	O	Al	Sn	Zr	Mo	Otros			
Grados sin aleación																	
ASTM Grado 1	240	35	170	25	0.03	0.10	0.015	0.20	0.18			
ASTM Grado 2	340	50	280	40	0.03	0.10	0.015	0.30	0.25			
ASTM Grado 3	450	65	380	55	0.05	0.10	0.015	0.30	0.35			
ASTM Grado 4	550	80	480	70	0.05	0.10	0.015	0.50	0.40			
ASTM Grado 7	340	50	280	40	0.03	0.10	0.015	0.30	0.25	0.2Pd			
Aleaciones alfa y cercanas a alfa																	
Ti Code 12	480	70	380	55	0.03	0.10	0.015	0.30	0.25	0.3	...	0.8Ni			
Ti-5Al-2.5Sn	790	115	760	110	0.05	0.08	0.02	0.50	0.20	5	2.5			
Ti-5Al-2.5Sn-ELI	690	100	620	90	0.07	0.08	0.0125	0.25	0.12	5	2.5			
Ti-8Al-1Mo-IV	900	130	830	120	0.05	0.08	0.015	0.30	0.12	8	1	1V			
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	900	130	830	120	0.05	0.05	0.0125	0.25	0.15	6	2	4	2	...			
Ti-6Al-2Nb-1Ta-0.8Mo	790	115	690	100	0.02	0.03	0.0125	0.12	0.10	6	1	2Nb, 1Ta			
Ti-2.25Al-1.1Sn-5Zr-1Mo	1000	145	900	130	0.04	0.04	0.008	0.12	0.17	2.25	11.0	5.0	1.0	0.2Si			
Ti-5Al-5Sn-2Zr-2Mo(a)	900	130	830	120	0.03	0.05	0.0125	0.15	0.13	5	5	2	2	0.25Si			
Aleaciones alfa-beta																	
Ti-6Al-4V(b)	900	130	830	120	0.05	0.10	0.0125	0.30	0.20	6.0	4.0V			
Ti-6Al-4V-ELI(b)	830	120	760	110	0.05	0.08	0.0125	0.25	0.13	6.0	4.0V			
Ti-6Al-6V-2Sn(b)	1030	150	970	140	0.04	0.05	0.015	1.0	0.20	6.0	2.0	0.75Cu, 6.0V			
Ti-8Mn(b)	860	125	760	110	0.05	0.08	0.015	0.50	0.20	8.0Mn			
Ti-7Al-4Mo(b)	1030	150	970	140	0.05	0.10	0.013	0.30	0.20	7.0	4.0	...			
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo(c)	1170	170	1100	160	0.04	0.04	0.0125	0.15	0.15	6.0	2.0	4.0	6.0	...			
Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr(a)(c)	1125	163	1055	153	0.04	0.05	0.0125	0.30	0.13	5.0	2.0	2.0	4.0	4.0Cr			
Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr(a)(b)	1030	150	970	140	0.03	0.05	0.0125	0.25	0.14	5.7	2.0	2.0	2.0	2.0Cr, 0.25Si			
Ti-10V-2Fe-3Al(a)(c)	1170	170	1100	160	0.05	0.05	0.015	2.5	0.16	3.0	10.0V			
Ti-3Al-2.5V(d)	620	90	520	75	0.015	0.05	0.015	0.30	0.12	3.0	2.5V			
Aleaciones beta																	
Ti-13V-11Cr-3Al(c)	1170	170	1100	160	0.05	0.05	0.025	0.35	0.17	3.0	11.0Cr, 13.0V			
Ti-8Mo-8V-2Fe-3Al(a)(c)	1170	170	1100	160	0.05	0.05	0.015	2.5	0.17	3.0	8.0	8.0V			
Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr(a)(b)	900	130	830	120	0.03	0.05	0.020	0.25	0.12	3.0	...	4.0	4.0	6.0Cr, 8.0V			
Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn(b)	690	100	620	90	0.05	0.10	0.020	0.35	0.18	...	4.5	6.0	11.5	...			

(a) Aleación semicomercial. Las propiedades mecánicas y los límites de composición están sujetos a negociación con el proveedor. (b) Propiedades mecánicas dadas por la condición de recocido (c) Propiedades mecánicas dadas por el tratamiento en solución y condición de envejecimiento; las aleaciones generalmente no aplican a la condición de recocido. Las propiedades son sensibles a al tamaño de sección y al tratamiento. (d) Principalmente aleación en forma tubular, debe ser estrizada en frío para incrementar la resistencia. (De, Metals Handbook, 9ª Ed. Vol. 3. American Society for Metals, Metals Park, OH, 1980, p. 357)

2.3.1. Aleaciones Alfa

Este grupo consiste de ambos, titanio puro (o no aleado) y aquellas aleaciones que contienen elementos α estabilizantes tales como Al, Ga y Sn, ya sea que se encuentren solos o combinados. Como ya se menciono con anterioridad a temperaturas ordinarias estos son materiales con estructura HCP [Collings, 1994]. Como las aleaciones alfa son materiales de una sola fase, los esfuerzos de tensión son relativamente pequeños, especialmente a bajos contenidos de oxígeno, sin embargo su elevada estabilidad térmica conduce a esfuerzos sorprendentemente considerables. Estas aleaciones también se caracterizan por una buena ductilidad a temperaturas muy bajas, esfuerzo considerable, buena resistencia y son fáciles de soldar [Wood, 1972]. Sin embargo, debido a que las aleaciones en este grupo presentan una sola fase con una estructura cristalina hexagonal también exhiben una razón elevada de tensión, siendo el alto contenido de oxígeno presente en la estructura el que esta asociado a su limitada deformación. [Polmear, 1995].

2.3.2. Aleaciones cercanas a alfa

Estas aleaciones son desarrolladas para satisfacer demandas de operación a temperaturas elevadas, esta clase de aleaciones, soportan elevados esfuerzos de tensión a temperatura ambiente como el exhibido por las aleaciones alfa. Usualmente, las aleaciones cercanas a alfa son forjadas y tratadas caloríficamente en el campo “alfa + beta”, de manera que los granos beta primarios están siempre presentes en la microestructura.

Las dos aleaciones, que generalmente presentan la resistencia más elevada con temperatura de operación de alrededor de 600 ° C (1112 °F) son el Timetal 1100, y Timetal 834. El Timetal 1100 es procesado por forja justo por debajo de β -transus y la microestructura resultante exhibe una mezcla de granos alfa alargados y equiaxiados, la cual provee un buen balance y un ciclo bajo de resistencia a la fatiga [Polmear, 1995].

2.3.3. Aleaciones Alfa/Beta ($\alpha + \beta$)

Estas aleaciones presentan ambas fases, α y β , en equilibrio a temperatura ambiente. Estas aleaciones combinan el esfuerzo de las aleaciones α con la ductilidad de las aleaciones β , y su microestructura y propiedades pueden variar ampliamente con tratamientos térmicos apropiados y/o procesos termomecánicos.

La aleación $\alpha + \beta$ más conocida y usada es Ti-6Al-4V o Ti-6-4. Otras aleaciones comercialmente disponibles en esta clase son Ti-6-6-2 y Ti-6-2-4-6 las cuales pueden mostrar, en ciertos casos, esfuerzos más elevados que las aleaciones cercanas a alfa a altas temperaturas. Otra característica de estas aleaciones es que son fácilmente soldables, lo cual es una función de los contenidos estabilizantes beta. Estas aleaciones también pueden mejorar su resistencia con un tratamiento con soluciones sólidas para establecer la dureza. La cantidad de resistencia que puede ser lograda es una función del espesor y de la composición química de la aleación; mientras el contenido del estabilizante beta aumenta la dureza.

2.3.4. Aleaciones Beta, cercanas a Beta y Beta metaestables

No existe una definición clara de las aleaciones de Titanio beta. La terminología convencional usualmente se refiere a las aleaciones cercanas a beta y beta metaestables como clases de las aleaciones beta del Titanio. Una aleación cercana a beta es generalmente aquella que tiene un contenido apreciablemente alto de estabilizador beta en comparación con una aleación convencional alfa-beta, tal como Ti-6Al-4V, pero no es suficientemente estabilizador para retener una estructura completamente beta con un enfriamiento con aire de las secciones débiles. Para tales aleaciones, un templado en agua es requerido aún en las secciones delgadas. Debido a la estabilidad marginal de la fase beta en estas aleaciones, estas primero son tratadas en solución debajo de β -transus para lograr obtener la fase alfa, la cual a su vez resulta en un enriquecimiento más estable que la fase beta.

Generalidades

La aleación Ti-10V-2Fe-3Al es un ejemplo de una aleación cercana a beta. Por otro lado, las aleaciones beta metaestables son incluso más fuertemente aleadas que las aleaciones cercanas a alfa con estabilizadores beta, y, como tales, prontamente retienen una estructura completamente beta con refrigeración por aire de las secciones delgadas. Debido a la estabilidad de estas aleaciones, no es necesario un tratamiento térmico por debajo de β -transus para enriquecer la fase beta. Por lo tanto, estas aleaciones normalmente no contienen primero alfa ya que estas son usualmente tratadas en solución sólida sobre β -transus.

Estas aleaciones son conocidas como “metaestables” por que la fase beta no es realmente estable, puede ser envejecida para precipitar alfa para propósitos de resistencia. Aleaciones tales como Ti-15-3, B120VCA, Beta C, y Beta III son consideradas como aleaciones beta metaestables.

Desafortunadamente, la clasificación de una aleación como cercana beta o beta metaestable no es siempre obvia. De hecho, la terminología “metaestable” no es precisa puesto que una aleación cercana a beta es también metaestable, por ejemplo, también se descompone en alfa más beta con envejecimiento natural. Hay una categoría adicional obvia de las aleaciones beta: las aleaciones beta estables. Estas aleaciones son muy pesadas con estabilizadores beta, tanto que la fase beta no se descompondrá en alfa más beta con un envejecimiento subsecuente. Actualmente, tales aleaciones no están produciéndose comercialmente. Un ejemplo de tal aleación es Ti-30Mo. El interés en las aleaciones beta proviene del hecho que estas contienen una alta fracción en volumen de la fase beta, y estas posteriormente pueden ser endurecidas con una precipitación alfa. Así, estas aleaciones pueden generar altos niveles de resistencia mecánica con buena ductilidad. Además, muchas de las aleaciones beta presentan excelentes características para la formación de láminas.

2.3.5. Ti-6Al-4V

Esta aleación es una aleación $\alpha + \beta$, con 6% en peso de Aluminio que estabiliza a la fase α y 4% de Vanadio que estabiliza a la fase β . A temperatura ambiente, la microestructura en equilibrio esta constituida principalmente por fase α (hcp) con algo de fase beta retenida (bcc).

De acuerdo con Lütjering el parámetro microestructural más importante, que determina las propiedades mecánicas, en una aleación de Titanio $\alpha + \beta$, es el tamaño de la colonia α . Al disminuir el tamaño de la colonia α se observa una marcada mejora en la ductilidad y la resistencia a la propagación de grietas, mientras que la resistencia a la propagación de macro grietas y a la fractura se ven mejorada por la presencia de una colonia de fase α mayor. El tamaño de la colonia α depende de la velocidad de enfriamiento de la fase β presente y del tamaño de grano de la fase β que limitan las dimensiones de la colonia de la fase α . Otro parámetro importante que también afecta a las propiedades mecánicas de esta aleación es el efecto de elementos aleados de partición. La fase β contiene pequeñas concentraciones de estos elementos (especialmente oxígeno) que promueve el envejecimiento por la formación de partículas Ti_3Al .

2.3.6. Diagrama de Fases

Un diagrama de fases muestra las fases presentes bajo condiciones de equilibrio, así como su presencia en cada combinación de temperatura y composición general.

Un punto central en la evolución de la microestructura de aleaciones de Titanio es la transformación $\alpha \rightarrow \beta$ con la temperatura, generalmente se presenta una transición β con la temperatura, ya que es la fase β la que se separa de las dos fases $\alpha + \beta$. Un diagrama esquemático de fase pseudo binario y un diagrama de

Generalidades

transformación Tiempo vs Temperatura se muestran en las figuras 2.5 y 2.6 respectivamente.

Cuando las aleaciones de Titanio son tratadas térmicamente por encima de β transus (temperatura específica que es función de la química de la aleación), esta presente únicamente la fase β . Enfriando más allá de la temperatura de transición β , esta puede transformarse en varias fases que pueden estar en equilibrio o que pueden no estarlo dependiendo de la velocidad de enfriamiento y de la composición de la aleación. Con un enfriamiento rápido, la fase β puede transformarse a α' (hcp) o α'' (ortorrómbica); con un aumento de estabilizador de la fase β existe mayor tendencia a la formación de α'' que de α' .

Con un enfriamiento lento, β puede transformarse por nucleación y puede crecer una fase α Widmanstätten. La morfología de la fase α Widmanstätten puede cambiar de una colonia alineada en listones a un ordenamiento cesto-tejido con un incremento de la velocidad de enfriamiento. Además, la estructura lamelar es más fina si se incrementa la velocidad de enfriamiento.

Con un enfriamiento lento, la fase α también está presente, además de los productos de transformación ($\alpha, \alpha', \alpha''$), la microestructura puede retener pequeñas cantidades de fase β , dependiendo de la composición química de la aleación; α' y α'' se descomponen por envejecimiento subsecuente y se precipita β , lo cual causa un aumento de la resistencia. En algunas aleaciones, se pueden formar fases intermetálicas adicionales debido al envejecimiento.

En aleaciones con estabilizadores de la fase β , dicha fase puede ser retenida completamente como fase metaestable con un enfriamiento rápido. Sin embargo, con un enfriamiento lento, la fase α puede precipitar, por lo tanto la cantidad de α es función de la velocidad de enfriamiento y del contenido de estabilizador β . Una

fase β metaestable puede descomponerse por un envejecimiento subsecuente y se precipita fase α . El envejecimiento produce un incremento de la resistencia, mientras que la ductilidad disminuye.

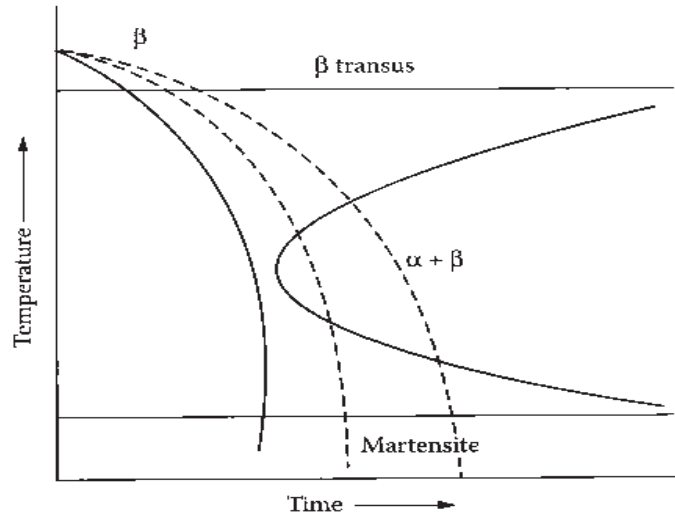


Figura 2.3. Diagrama esquemático de fase Pseudo Binario [Joshi V.A.; 2006]

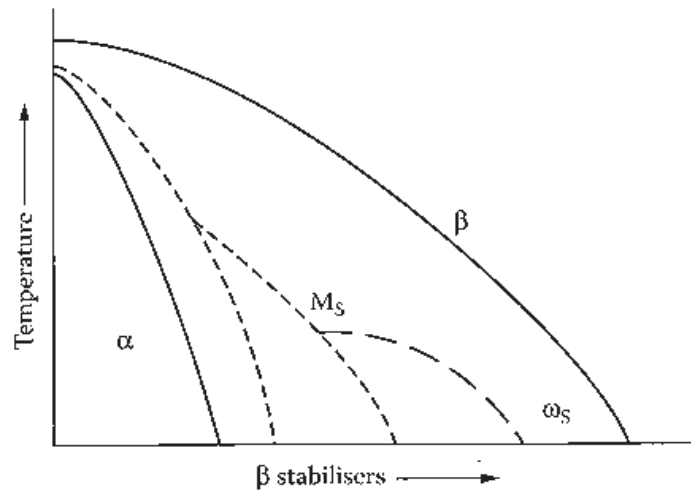


Figura 2.4. Diagrama de transformación Tiempo vs. Temperatura [Joshi V.A.; 2006]

2.4. Comportamiento mecánico del Titanio y sus aleaciones

Los metales con estructura hexagonal compacta (por sus siglas en inglés: hcp) presentan un pequeño número de sistemas de fácil deslizamiento, una distribución asimétrica y estrictas relaciones de orientación cristalográfica en la formación de una marcada deformación de textura. El mecanismo de deslizamiento junto con la textura son responsables de la pronunciada anisotropía de las propiedades mecánicas [Oxford y Backofen, 1964].

En el Titanio alfa hcp, el deslizamiento ocurre más frecuentemente en los planos basal $\{0001\}$, prismático $\{10\bar{1}0\}$, y piramidal $\{10\bar{1}1\}$ (figura 2.4). De hecho los planos de deslizamiento dominantes dependen de la relación de los parámetros c/a , así como de la composición de la aleación, la temperatura, el tamaño de grano y la orientación cristalina. En general, el deslizamiento tendrá tendencia a ocurrir en el plano que tenga la mayor distancia inter-planar. Los materiales hexagonales presentan una relación c/a menor a 1.663 (considerada la relación ideal), el plano prismático es en promedio el plano más densamente empacado. Para el titanio alfa ($c/a = 1.587$), el plano prismático es el más densamente empacado. Como consecuencia, el esfuerzo de corte más pequeño ocurre en el plano prismático. Este es el caso de un titanio alfa de alta pureza. Si los niveles intersticiales de oxígeno y/o nitrógeno son altos, como es el caso de las aleaciones de baja pureza (i.e., CP titanio), los tres planos de deslizamiento están activados, pero el plano prismático es aún el que tiene el esfuerzo de corte más pequeño requerido para la deformación inicial.

Los materiales hexagonales, debido a su simetría de rotación de 6 pliegues no exhiben un conjunto completo de sistemas de deslizamiento. Como consecuencia de este limitado sistema capaz de ser activado, un deslizamiento posterior es adaptado de cualquier modo por un deslizamiento piramidal $\langle c+a \rangle$ o una tracción/compresión de defectos superficiales de macla (twinning) simultánea $\langle c+a \rangle$.

Generalidades

Un límite de macla (o de gemelación) es un plano a través del cual hay una desorientación especial de imagen especular de la estructura cristalina. Las maclas pueden producirse cuando una fuerza cortante, que actúa a lo largo del límite de gemelación, hace que los átomos se desplacen de su posición. Los defectos de macla suceden durante la deformación o tratamiento térmico de ciertos metales. Los límites de macla interfieren con el proceso de deslizamiento y aumentan la resistencia del metal. El movimiento de los límites de macla también puede causar la deformación del metal.

Cabe mencionar que el plano de simetría entre dos porciones de la red que tienen una orientación que está relacionada es conocido como plano gemelo (twinning). En el titanio, el plano de macla más común es el $(10\bar{1}2)$ y la dirección de la macla es $[1011]$ [Dieter; 1986].

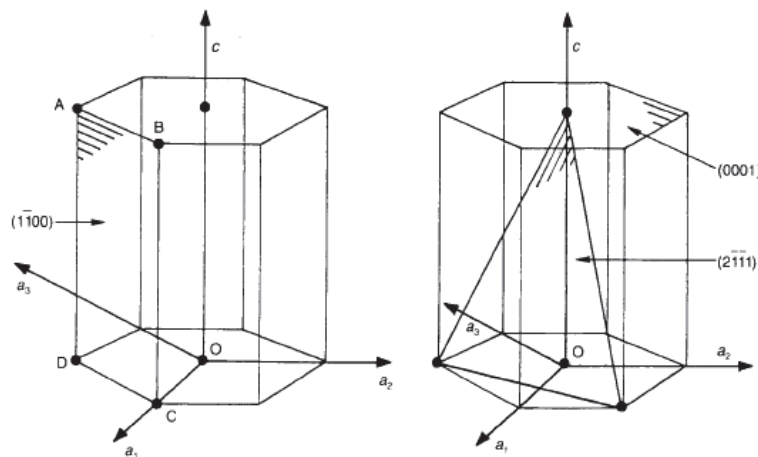


Figura 2.5. Planos Prismático, Basal y Piramidal en estructuras hexagonales [Smallman R.E., Bishop R.J.; 1999].

2.4.1. Modos de deslizamiento en Metales HCP

Los sistemas operativos primarios de deslizamiento en metales HCP con relación c/a menor que el ideal 1.633, son en los planos prismáticos $\{10\bar{1}0\}$ en las

Generalidades

direcciones basales $\langle 12\bar{1}0 \rangle$. El otro primer ordenamiento posible en los sistemas de deslizamiento sucede en los planos basal $\{0001\}$ y piramidal $\{10\bar{1}1\}$ con direcciones basales $\langle 12\bar{1}0 \rangle$. Estos sistemas proveerán combinaciones de 4 sistemas de deslizamiento independientes, ya que todos ellos ocurren en la dirección basal.

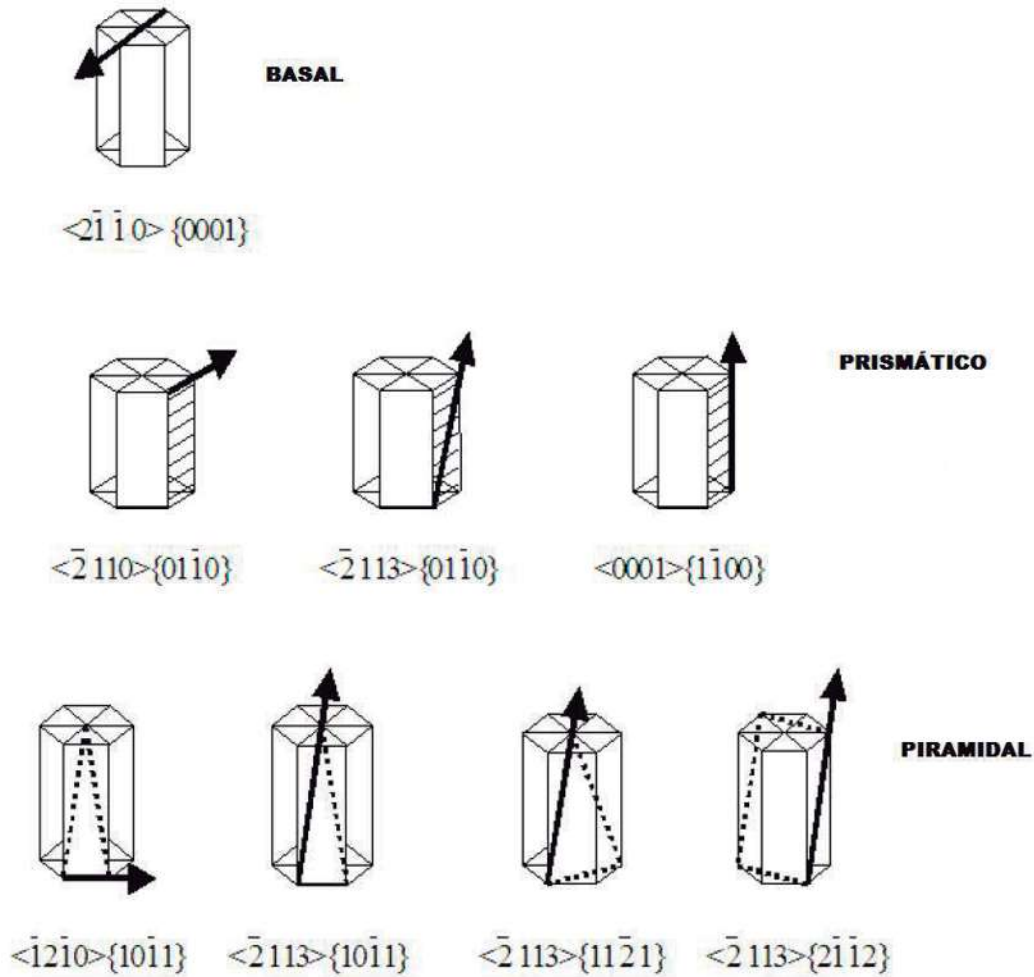


Figura 2.6. Sistemas de deslizamiento en el alfa-titanio.

En los metales con estructura hcp las modalidades de deslizamiento basal y prismática más comunes tienen sólo 2 o 3 sistemas de deslizamiento respectivamente [Groves, 1963], comparados con materiales con estructura

Generalidades

cristalina cúbica simple que poseen 5 o más sistemas de deslizamiento. Como consecuencia, puesto que al menos cuatro o cinco sistemas de deslizamiento independiente son necesarios para ajustar la fatiga elástica, los sistemas secundarios como el deslizamiento piramidal con vector de Burgers $\langle c+a \rangle$, o sistemas con maclas pueden contribuir a aumentar la fatiga. Yoo, 1981 y Partridge, 1967]. La figura 2.8 muestra los sistemas de deslizamiento primario y secundario para el Titanio.

A temperatura ambiente, como consecuencia del rolado en frío, el Ti se deforma por deslizamiento prismático $\{10\bar{1}0\}\langle 12\bar{1}0 \rangle$, por deslizamiento piramidal $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ con el vector de Burgers $\langle a \rangle$ y el secundario $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}\bar{3} \rangle$ con el vector de Burgers $\langle c+a \rangle$, $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$ y en algunos casos $\{11\bar{2}1\}$ en la tensión de la macla y $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}\bar{3} \rangle$ en la compresión de gemelos [Rosi et al. 1956; Conrad, 1981; Chin, 1975].

2.5. Textura

Entre los materiales más importantes y más comúnmente usados en la práctica industrial se encuentran: los metales, cerámicos y algunos polímeros, los cuales pueden ser materiales policristalinos y sus unidades componentes son llamadas cristales o granos. Las orientaciones de grano en los policristales son raramente al azar debido al procesamiento al que los materiales policristalinos son normalmente sometidos, tal como solidificación por fusión, rolado en caliente, rolado en frío y recocido entre otros procesos termomecánicos. Por tanto, en la mayoría de los materiales hay un patrón en las orientaciones, y una tendencia para la ocurrencia de ciertas orientaciones. Esta tendencia es conocida como *orientación preferencial de los cristales* o *textura*. La importancia de la textura en los materiales reside en el hecho de que muchas propiedades de los materiales son dependientes de la textura. De acuerdo con Bunge-1987, la influencia de la textura en las propiedades del material es, en muchos casos, 20-50% de los valores de las propiedades. Algunos ejemplos de propiedades que dependen de la textura promedio del material son: el Modulo de Young, la Relación de Poisson, el

esfuerzo, la ductilidad, la dureza, la permeabilidad magnética, la conductividad eléctrica y la expansión térmica (en materiales no cúbicos) [Randle y Engler, 2000]. La textura, en materiales hexagonales, es representada por los índices de Miller $\{hkil\}\langle uvw \rangle$ donde $\{hkil\}$ corresponde a la familia de planos cristalográficos paralelos a la superficie del espécimen y $\langle uvw \rangle$ corresponde a la familia de direcciones cristalográficas paralelas a la dirección de rolado (RD) de la muestra. Las texturas de rolado resultantes, en forma de figuras de polo, como una función de la relación c/a se muestra en la figura 2.9.

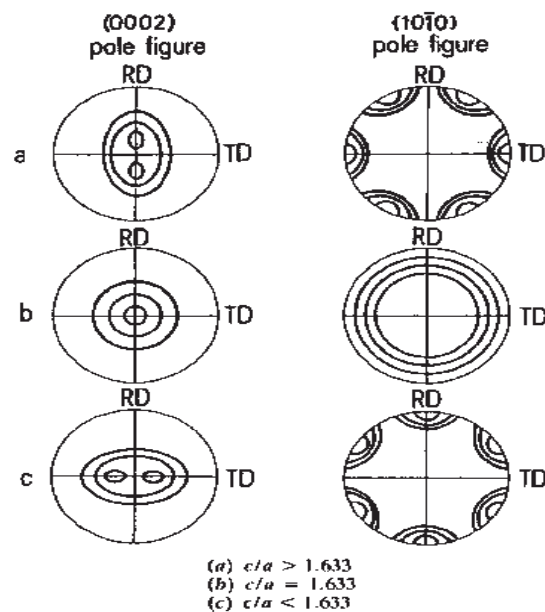


Figura 2.7. Texturas en materiales hcp como una función de relaciones c/a (esquemáticamente)

La textura ideal del componente rolado en frío es representada en la figura 2.10 y otras texturas típicas en materiales hexagonales se muestra en la figura 2.11.

La textura puede ser determinada por medio de difracción de rayos X, difracción de neutrones y difracción de electrones usando un Microscopio de Transmisión Electrónica (TEM). La difracción de rayos X es la técnica más comúnmente aplicada pero la difracción de neutrones y electrones están ganando interés por que permite correlacionar microestructuras, relaciones vecinas y textura [Kocks,

Generalidades

1998]. Entre las maneras de describir la textura, las figuras de polo (PF), las figuras de polo inversas (IPF) y la función de orientación y distribución (ODF) son los métodos más usados.

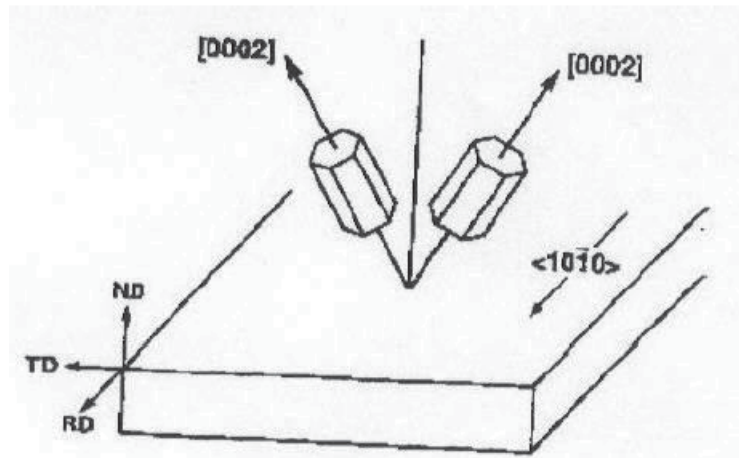


Figura 2.8. Textura ideal del componente rolando en frío para titanio rolando en frío $\{2115\}\langle 1010 \rangle$.

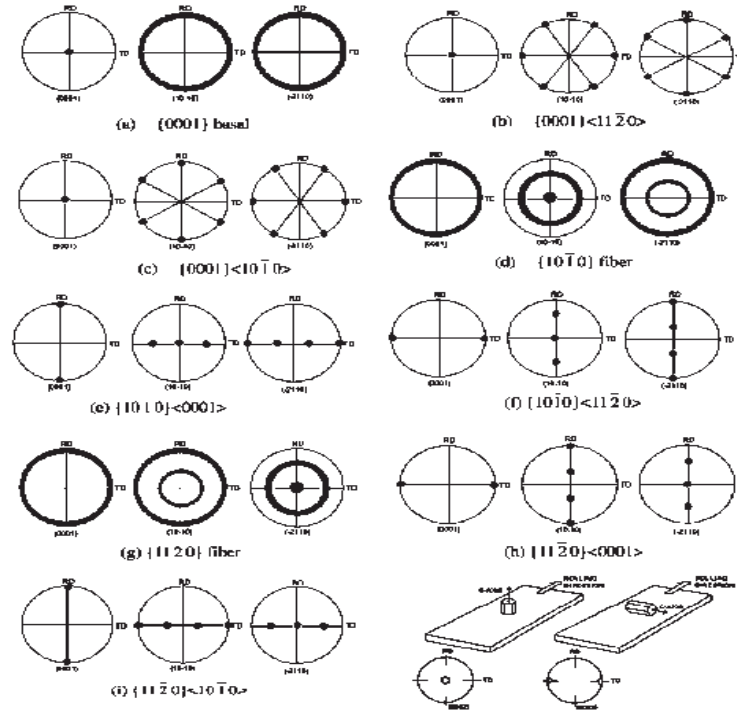


Figura 2.9. Texturas Típicas [Wang, 2003]

La figura de polo (figura 2.9) es una proyección [Cullity, 2001], comúnmente representada como una proyección estereográfica, la cual muestra la variación de la densidad de polo para un conjunto selecto de planos cristalinos teniendo a la dirección de rolado (RD), la dirección transversal (TD) y la dirección normal de la muestra como ejes de referencia.

A pesar de existir todos estos métodos de caracterización de textura, todos ellos son muy costosos, motivo por el cual no son muy utilizados.

2.5.1. Textura en el Rolado en Frío

Los materiales hexagonales, tales como, el titanio y zirconio, tienen un número limitado de sistemas de deslizamiento y generalmente desarrollan una pronunciada textura después del rolado en frío. Knight, 1978; investigó la evolución de la textura de hojas de titanio comercialmente puras después del rolado en frío a causa de 21.4% y 89.4% de reducción de espesor y observó que

el componente de textura más intenso, para ambos grados de reducción fue de (2115) [0110]. Guillaume et al., 1981, trabajando con hojas de titanio roladas en frío, encontró el mismo resultado. Philippe *et al.* [Philippe, 1984], reporto haber encontrado componentes de textura después del rolado en frío de aleaciones de titanio y zirconio.

2.5.2. Termoelectricidad

La termoelectricidad es el resultado del transporte intrínsecamente acoplado de electricidad y calor en metales. La densidad de corriente eléctrica **j** y el flujo térmico **h** producido por una combinación dada de potencial termoeléctrico Φ y las distribuciones de temperatura T están dadas por [Joshi, V.A.; 2006]:

$$\begin{pmatrix} j \\ h \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma & \bar{\epsilon} \\ \bar{\epsilon} & \kappa \end{bmatrix} \begin{bmatrix} -\nabla\Phi \\ -\nabla T \end{bmatrix} \dots\dots\dots(1)$$

Donde:

- σ denota la conductividad eléctrica medida a temperatura uniforme,
- κ es la conductividad térmica para un campo eléctrico cero,
- $\bar{\epsilon}$ y $\bar{\epsilon}$ son coeficientes termoeléctricos acoplados, que pueden ser expresados por el potencial termoeléctrico absoluto S del material como $\bar{\epsilon} = \sigma S$ y $\bar{\epsilon} = \sigma S$.

La conductividad térmica para un campo eléctrico cero κ puede ser fácilmente expresada por la conductividad térmica del material con corriente eléctrica cero k , la cual es más fácil de determinar experimentalmente como $\kappa = k + \sigma S^2 T$. La diferencia entre estas dos conductividades térmicas se debe al acoplamiento termoeléctrico en el material. Se puede considerar que $\kappa = k(1 + \eta)$, donde $\eta = \sigma S^2 T / k$ es un factor adimensional que provee una medida del grado de acoplamiento entre los transportes térmico y eléctrico. Para metales típicos, el factor de acoplamiento es relativamente pequeño, en algunos casos entre 10^{-3} y 10^{-2} , este importante hecho será utilizado en las siguientes deducciones.

Generalidades

El flujo total de energía $h + \Phi j$, incluye al flujo térmico más un término adicional que representa el cambio del potencial termoeléctrico de los electrones. La velocidad a la que el calor se transfiere, por unidad de volumen, en cualquier punto del material es

$$\nabla \cdot h + \nabla \Phi \cdot j = C\dot{T} \dots\dots\dots(2)$$

Donde C es el calor específico.

De la ley de Maxwell se tiene

$$\nabla \cdot j = 0 \dots\dots\dots(3)$$

Si se asume que los coeficientes de acoplamiento ϵ y $\bar{\epsilon}$ son tan pequeños que sus cuadrados y productos se pueden despreciar, entonces la carga térmica puede ser despreciada del término no lineal, llamado $\nabla \Phi \cdot j$. Finalmente, para el estado estable la ecuación para la carga térmica se reduce a

$$\nabla \cdot h = 0 \dots\dots\dots(4)$$

Tomando en cuenta lo anterior y considerando que $\sigma \kappa^{-1} \bar{\epsilon} \neq 0$, tenemos la Laplaciana de T, y eliminando Φ , se tiene

$$\nabla^2 T = 0 \dots\dots\dots(5)$$

y

$$\nabla^2 \Phi = 0 \dots\dots\dots(6)$$

Para un medio isotrópico homogéneo, σ, κ, ϵ y $\bar{\epsilon}$ son cantidades escalares que no dependen de las coordenadas en el espacio, a pesar de que generalmente dependen de la temperatura, especialmente ϵ y $\bar{\epsilon}$. Como primera aproximación en la Ecuación (1) la dependencia con la temperatura de σ puede ser omitida y la continuidad de la corriente termoeléctrica $\nabla \times j = -\sigma \nabla \times \nabla \Phi - \epsilon \nabla \times \nabla T - (\partial \epsilon / \partial T) \nabla T \times \nabla T$ es cero.

De hecho, este resultado no cambia incluso si la dependencia con la temperatura de σ es considerada como un término adicional $-(\partial\sigma/\partial T)\nabla T \times \nabla\Phi$, ya que ∇T será paralelo con $\nabla\Phi$. Si la divergencia de la corriente del potencial termoeléctrico es inherentemente cero, en ausencia de una corriente eléctrica externa, la densidad de la corriente por sí misma debe de ser igual a cero en cualquier parte del medio. Esto significa que sin tener en cuenta el tamaño, la forma y las propiedades del material del espécimen isotrópico homogéneo, no se generarán corrientes termoeléctricas por ningún tipo de enfriamiento o calentamiento. En otras palabras, la presencia de cualquier corriente magnética o cualquier otra forma de corriente termoeléctrica detectada será identificada positivamente por el espécimen como un efecto no homogéneo o anisotrópico.

2.5.3. Potencial Termoeléctrico (PTE)

El efecto termoeléctrico se debe a un gran número de fenómenos interesantes, algunos de los cuales pueden ser utilizados para pruebas no destructivas (NDT) y caracterización de materiales. La microestructura está directamente relacionada con las propiedades del material y el potencial termoeléctrico relaciona los cambios microestructurales en materiales policristalinos. La figura 2.12 muestra un diagrama esquemático de las mediciones termoeléctricas como se realiza frecuentemente en la caracterización no destructiva de materiales.

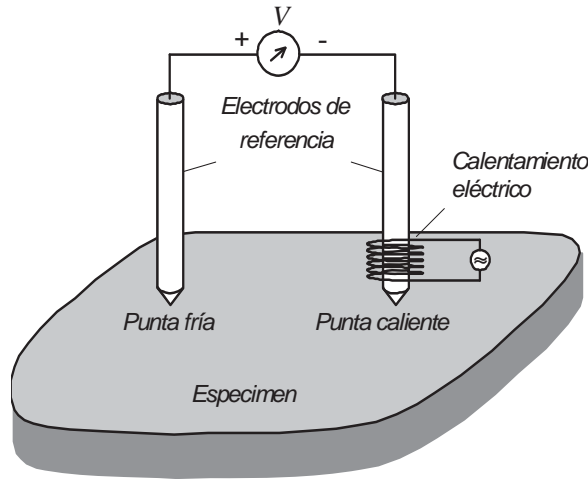


Figura 2.10. Diagrama esquemático de las mediciones termoeléctricas más comúnmente usadas en la caracterización no destructiva de materiales (prueba de doble punta).

En este ensayo, uno de los electrodos de referencia es calentado por una corriente eléctrica a una temperatura preestablecida T_h , la temperatura de esta punta es estabilizada mientras que el otro electrodo permanece frío a temperatura ambiente T_c . La medición es realizada rápidamente para asegurar que el electrodo de referencia caliente, no reduzca su temperatura y que el resto del espécimen no se caliente de manera perceptible. La medida del voltaje termoeléctrico, conocida como efecto Seebeck esta dada por [Joshi V.A.; 2006]:

$$V = \int_{T_c}^{T_h} [S_S(T) - S_R(T)] dT = \int_{T_c}^{T_h} S_{SR}(T) dT \dots\dots\dots(7)$$

donde T es la temperatura, y S_S y S_R denotan los potenciales termoeléctricos absolutos del espécimen y del electrodo de referencia, respectivamente. Cualquier variación en las propiedades del material puede afectar la medida del voltaje termoeléctrico como:

$$S_{SR} = S_S - S_R \dots\dots\dots(8)$$

El cual representa el potencial termoeléctrico relativo del espécimen a medir con respecto al electrodo de referencia. En la mayoría de los casos, el voltaje termoeléctrico puede ser aproximadamente igual a:

$$V \approx (T_h - T_c) S_{SR} \dots \dots \dots (9)$$

Idealmente, no importa cuan alta sea la diferencia de temperatura entre las uniones, solo los termopares de diferentes materiales, o más precisamente, materiales de diferente potencial termoeléctrico, podrán generar una señal termoeléctrica. Existen muchos parámetros que pueden afectar los cambios en el potencial termoeléctrico del espécimen a estudiar, entre los más importantes se encuentran los asociados con los efectos volumétricos y de contacto [Fulton J.P.; 1993]. El efecto volumétrico esta íntimamente relacionado con el fenómeno de termoelectricidad por la cinética de difusión de los electrones a través del material. Entonces, el coeficiente del potencial termoeléctrico esta dado por la teoría de Mott-Jones [Mott N.F. y Jones H., 1958; Pollock D.D., 1985] expresado por la ecuación siguiente:

$$S = \frac{\pi^2}{3} \frac{k_B^2 T}{e} \frac{\partial}{\partial E} [\ln \sigma(E)]_{E=E_f} \dots \dots \dots (10)$$

donde e , es la carga en el electrón; E es la energía en el electrón; E_f es la energía de Fermi; k_B es la constante de Boltzmann; T es la temperatura y $\sigma(E)$ es la conductividad eléctrica.

El coeficiente del potencial termoeléctrico es una función del comportamiento de dispersión de los electrones, de la concentración de los electrones y de la masa efectiva de los electrones. De manera que, el efecto volumétrico es afectado principalmente por la composición química, el tratamiento térmico, la anisotropía, la dureza, la textura, el esfuerzo residual y la fatiga del material. Mientras que, los efectos de contacto están relacionados con el contacto imperfecto entre la muestra

examinada y la punta de prueba, la presión aplicada a la punta de prueba, la temperatura de la punta caliente y de la fría y del material examinado.

2.5.4. Efecto Seebeck

Para explicar este efecto, considerese una barra de un metal normal (por ejemplo aluminio) que es calentada por un extremo y enfriada por el otro como se muestra en la Figura 2.13. Los electrones en la región caliente tienen mayor energía y por lo tanto tienen mayores velocidades que los de la región fría¹. Por consiguiente, hay una difusión neta de electrones del extremo caliente hacia el extremo frío, lo cual deja detrás iones metálicos positivos expuestos en la región caliente y acumulación de electrones en la región fría. Esta situación prevalece hasta que el campo eléctrico desarrollado entre los iones positivos de la región caliente y el exceso de electrones en la región fría, impide una nueva moción de electrones del extremo caliente al frío. Por consiguiente, se desarrolla un voltaje entre los extremos caliente y frío, donde el extremo caliente presenta el potencial positivo. La diferencia de potencial ΔV a través de la pieza del metal debida a la diferencia de temperatura ΔT es llamada efecto Seebeck². Para medir la magnitud de este efecto se introduce un coeficiente especial el cual es definido como la diferencia de potencial desarrollado por unidad de diferencia de temperatura, i.e. coeficiente Seebeck:

$$S = \frac{dV}{dT} \dots\dots\dots(11)$$

Por convención, la S representa el potencial en el lado frío con respecto al lado caliente. Si los electrones se difunden del extremo caliente al frío, entonces el lado frío es negativo con respecto al lado caliente y el coeficiente Seebeck es negativo.

¹ Los electrones de conducción alrededor de la energía de Fermi tienen una velocidad media que solo tiene una pequeña dependencia con la temperatura. Este pequeño cambio en la velocidad media con la temperatura es, no obstante, importante para entender el efecto termoeléctrico.
² Thomas Seebeck observó el efecto termoeléctrico en 1821 usando dos metales diferentes como termocupla que es la única forma de observar el fenómeno. Fue Thompson (Lord Kelvin) quien describió el efecto observado.

Generalidades

El coeficiente S es referido como el potencial termoeléctrico, aunque este término es ciertamente engañoso puesto que se refiere a la diferencia de voltaje en lugar de a la potencia.

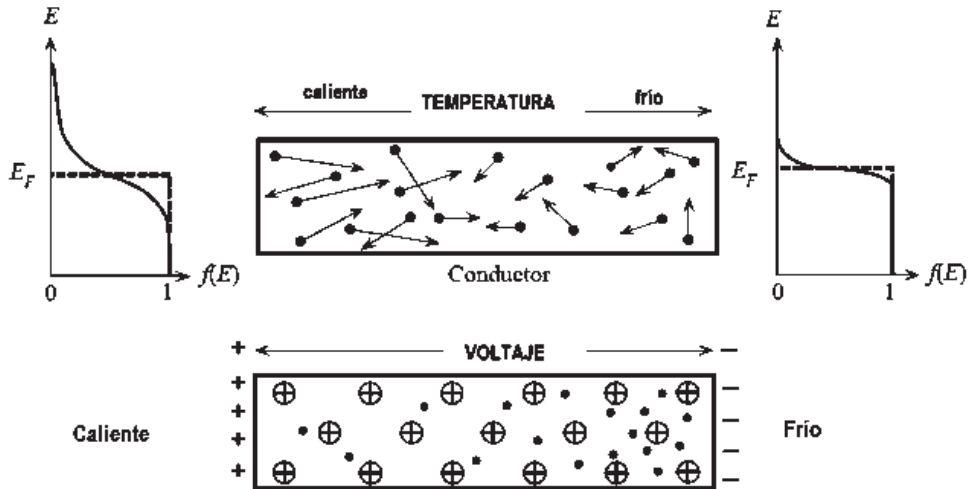


Figura 2.11. Efecto Seebeck. Gradiente de temperatura en un conductor

El coeficiente Seebeck es una propiedad del material que depende de la temperatura: $S = S(T)$ y se encuentra tabulado para muchos materiales. Dado el coeficiente Seebeck $S(T)$ para un material, la diferencia de voltaje entre dos puntos donde las temperaturas son T_0 y T , esta expresado por

$$\nabla V = \int_{T_0}^T S dT \dots\dots\dots(12)$$

Esta diferencia de voltaje, es para el extremo frío con respecto al caliente tal como se mencionó en el párrafo anterior para el valor de S. La energía promedio E_{av} por electrón en un metal, en el cual los estados de densidad se aproximan a $g(E) \propto E^{1/2}$ esta dada por:

$$E_{av}(T) = \frac{3}{5} E_{FO} \left[1 + \frac{5\pi^2}{12} \left(\frac{kT}{E_{FO}} \right)^2 \right] \dots\dots\dots(13)$$

donde E_{F0} es la energía de Fermi a 0 K o -273 °C. Esta ecuación permite determinar la energía promedio por electrón. Es necesario notar que la energía promedio por electrón determinada por la ecuación anterior, también depende del material en virtud de E_{F0} . Si se considera una pequeña longitud δx a través de la cual la diferencia de temperatura es δT y la diferencia de voltaje δV . Se puede suponer que un electrón se difunde de la región caliente a la fría a través de esta diferencia de potencial. Entonces, una pequeña diferencia de temperatura de δT resulta en una diferencia de voltaje δV entre los electrones acumulados y los iones metálicos positivos expuestos como se describe en la figura 2.14.

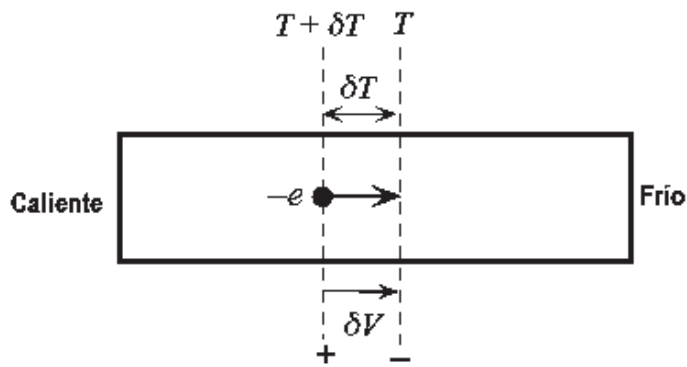


Figura 2.12. Elemento diferencial

Si un electrón se difunde de la región caliente a la fría. Este tiene que realizar trabajo contra la diferencia de potencial, lo cual es $-e\delta V$. Este trabajo hecho contra δV disminuye el promedio de la energía del electrón por δE_{av} de $E_{av}(caliente)$ a $E_{av}(frío)$:

$$-e\delta V = E_{av}(T + \delta T) - E_{av}(T) \dots \dots \dots (14)$$

Sustituyendo esta ecuación en la de la energía promedio y reorganizándola se obtiene:

$$-e\delta V \approx \frac{\pi^2 k^2 T \delta T}{2E_{FO}} \dots\dots\dots(15)$$

Ya que $S = \delta V / \delta T$, el coeficiente Seebeck esta dado por

$$S \approx -\frac{\pi^2 k^2 T}{2eE_{FO}} \dots\dots\dots(16)$$

2.5.5. Fenómeno de difusión de electrones

Cuando los especímenes han sufrido la deformación plástica debido al rolado en frío la estructura cristalina no esta debidamente ordenada, ocasionando que la trayectoria y la velocidad de difusión que siguen los electrones sea en distintas direcciones, esto debido a que presenta una orientación preferencial hacia la dirección de rolado y por tanto provoca una diferencia del potencial termoeléctrico. Sin embargo, cuando logra que la estructura cristalina se ordene nuevamente después del tratamiento térmico, la difusión de electrones es favorecida y con ello, la anisotropía del potencial termoeléctrico desaparece, pues en cualquier dirección la difusión de electrones es buena, debido a la simetría del cristal.

2.5.6. Fenómeno Anisotrópico

La anisotropía se manifiesta a través de varios fenómenos tales como orientación dependiente de la velocidad acústica, por medio del fenómeno de birrefringencia debido a la desviación entre las direcciones de fase y energía, etc.

La característica más común es la orientación dependiente de la velocidad acústica. La Figura 2.15 muestra la configuración geométrica utilizada para comprobar la dependencia con la orientación de la velocidad transversal en un cubo (naturalmente, cualquier bloque rectangular puede ser usado de manera similar, pero entonces las diferencias en el tiempo de llegada no pueden ser

atribuidas a diferentes velocidades ya que las dimensiones diferentes deben de ser tomadas en cuenta)

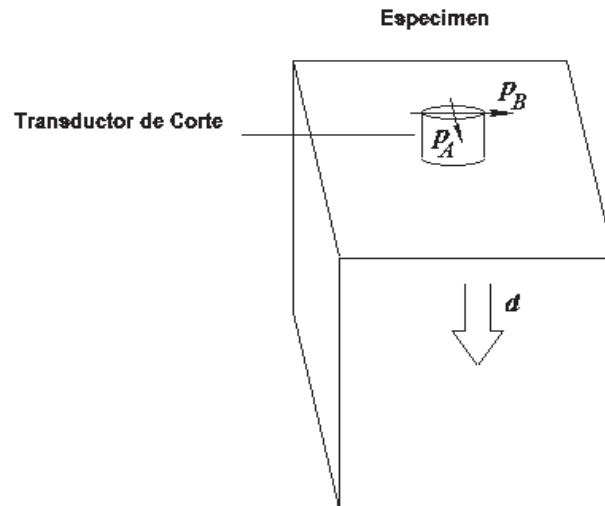


Figura 2.13. Configuración Geométrica para la medición de la Birrefringencia por medio de la velocidad transversal

2.5.7. Fenómeno de Birrefringencia

La Birrefringencia es la refracción de la onda ultrasónica propagada en una dirección dada en dos ondas de velocidad ligeramente diferente y mutuamente polarizadas de manera ortogonal. La figura 2.15 muestra la configuración geométrica para la medición de la birrefringencia. Ya que las trayectorias de propagación son inherentemente las mismas para cualquier polarización, las diferencias en el tiempo de llegada indican de manera directa la anisotropía. Hasta cierto punto, la birrefringencia puede ocurrir en cualquier dirección, pero es más fácil de ilustrar por medio de modalidades puras. En ciertas direcciones de propagación, las modalidades de corte puras pueden propagarse en direcciones polarizadas dadas (mutuamente ortogonales) y ocurre una sola llegada. Sin embargo, en otras polarizaciones ambas modalidades son excitadas y ocurren dos llegadas a tiempos ligeramente diferentes. La Figura 2.16 muestra el

Generalidades

fraccionamiento de la señal en los componentes rápido y lento cuando la dirección de polarización es entre direcciones puras debido a la birrefringencia.

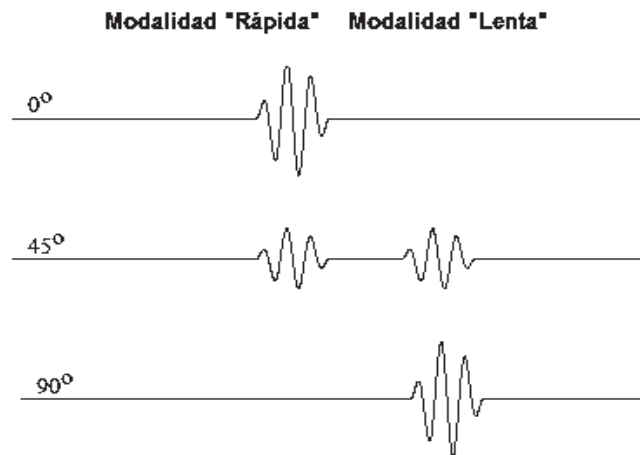


Figura 2.14. Fraccionamiento de la señal ultrasónica transversal en los componentes rápido y lento cuando la dirección de polarización es entre las direcciones puras debido a la Birrefringencia.

CAPITULO 3

Se sabe que cuando un material es trabajado en frío por cualquier tipo de tratamiento en frío (tratamiento de superficie, rolado en frío, entre otros) introducirá cambios en las propiedades mecánicas y eléctricas del material e.g. la resistencia eléctrica y la dureza aumentan con el grado del trabajado en frío mientras que la ductilidad disminuye.

Todos estos cambios en las propiedades del material dependen del grado de tratamiento en frío, el proceso anterior, la composición química del material, entre otros. Kropschot et. al., midieron el voltaje termoeléctrico producido por un termopar hecho del mismo alambre de cobre puro tensado en frío, después recocido para eliminar la existencia de textura y dureza. La figura 2.3 muestra el voltaje termoeléctrico como una función de la punta caliente mientras la punta fría permanece a $T_C = -269^\circ\text{C}$. La parte importante para este trabajo es la cuesta de la curva a temperatura ambiente, la cual es próxima a $0.02 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ y representa una variación relativa de rugosidad del 1% con respecto al potencial termoeléctrico del cobre puro. Este resultado indica que es posible detectar la presencia de textura mediante la medición del potencial termoeléctrico.

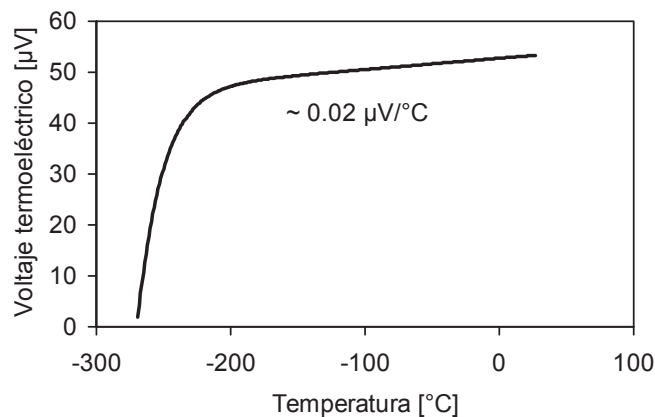


Figura 2.15. Voltaje termoeléctrico producido por un termopar recocido hecho con hilos de cobre puro tensados en frío (La punta fría se mantuvo a $T_C = -269^\circ\text{C}$).

Posteriormente Rowe y Schroeder demostraron la anisotropía en materiales no cúbicos tales como el Cd, el Zn y el Mg, dicho fenómeno se observa claramente en la figura 2.16.

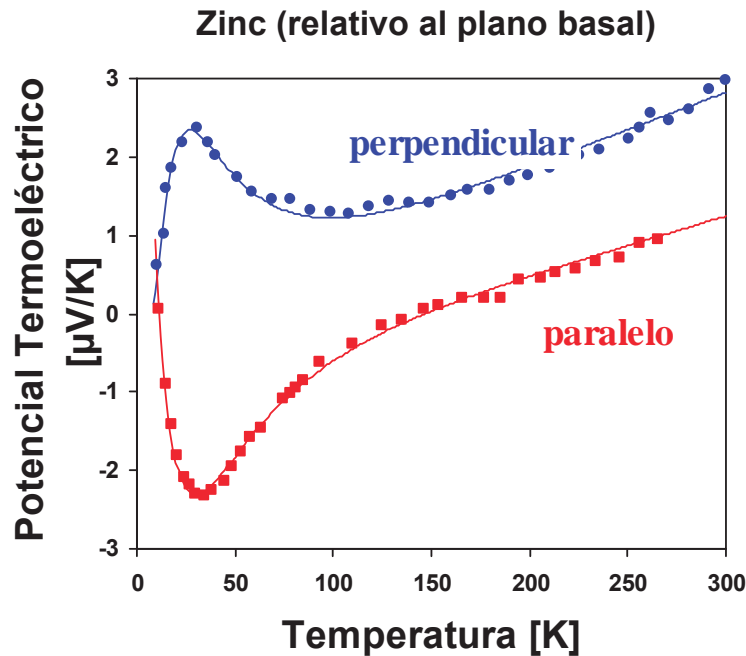


Figura 2.16. Anisotropía en Materiales no cúbicos

Existen pocos metales estructurales de gran importancia práctica que cristalizan preferencialmente en simetría hexagonal, por lo tanto, exhiben anisotropía termoeléctrica, tales como el titanio y sus aleaciones [Bloggett M., y Nagy P.B; 1998]. Carreon et. al., condujeron una serie de experimentos en una placa de Ti-6Al-4V rolada en frío. Se encontró que la anisotropía de la conductividad eléctrica, i.e., la diferencia relativa entre las direcciones principales era aproximadamente 2.3%. También fue medido el grado de anisotropía termoeléctrica usando la técnica termoeléctrica convencional la cual permite realizar medidas direccionales en una placa rectangular. La figura 2.4 muestra la dependencia de la orientación de la medición con el potencial termoeléctrico absoluto en un espécimen de Ti-6Al-4V rolado en frío (símbolos) junto con la mejor curva sinusoidal ajustada (línea

Antecedentes

sólida). La anisotropía relativa del potencial termoeléctrico fue aproximadamente 3.1%, un valor un tanto mayor que el de la conductividad eléctrica.

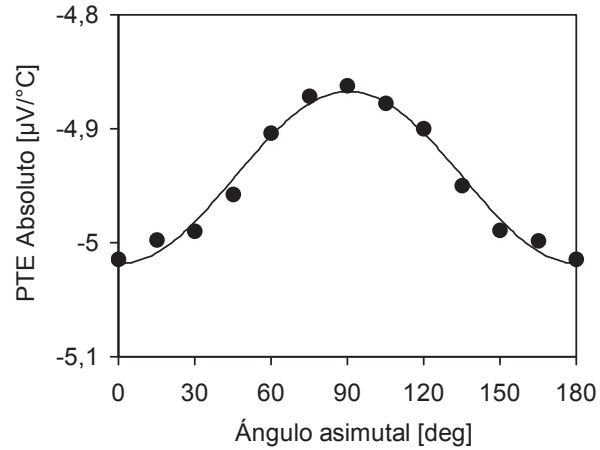


Figura 2.17. Dependencia de la orientación con el potencial termoeléctrico en una lámina de Ti-6Al-4V rodada en frío.

CAPITULO 4

El estudio del efecto Seebeck en metales y aleaciones provee información valiosa acerca de las microestructuras, propiedades mecánicas historia termo-mecánica del material, etc. En años recientes, la valoración cuantitativa de las microestructuras y de las propiedades mecánicas de los materiales se ha llevado a cabo a través de la medición del potencial termoeléctrico (PTE). Lasseigne *et. al* midieron el PTE para evaluar el contenido de nitrógeno intersticial en una soldadura, lo cual permite una mejor correlación entre el contenido de nitrógeno y la microestructura del metal soldado y sus propiedades. Nagy *et. al* demostraron una sensibilidad intrínseca de la técnica termoeléctrica en interfaces imperfectas, que podría ser aprovechada para la evaluación no destructiva de interfaces altamente comprimidas, pero metalúrgicamente interfaces no enlazadas en soldaduras y otros tipos de enlaces en estado sólido. Park *et. al* realizaron mediciones del potencial termoeléctrico para evaluar el análisis microestructural en soldaduras de acero HSLA y la fracción en volumen de austerita retenido en aceros TRIP. Kawaguchi *et. al* demostraron que el PTE del acero duplex inoxidable aumenta con el tiempo de envejecimiento y encontrando buenas correlaciones entre el PTE y la dureza. Carabajar *et. al* uso el PTE para investigar la evolución de la precipitación en un rolado en caliente de Ti adicionando en una hoja de acero intersticialmente libre (IF) durante diferentes tratamientos de aleación.

Recientemente, Carreón *et. al* investigó el efecto de la anisotropía termoeléctrica en las mediciones del potencial termoeléctrico en un espécimen altamente texturizado de Ti-6Al-4V usando una técnica completamente no destructiva basada en el efecto Seebeck. Los resultados muestran la dependencia del potencial termoeléctrico asociado con la textura y la estructura macroscópica de grano en un espécimen de Ti-6Al-4V rolado en frío. El trabajo de investigación, antes mencionado, que se tomó como referencia demuestra claramente que la

Justificación

sensibilidad intrínseca del PTE es una herramienta muy útil que puede ser utilizada para caracterización de materiales.

Debido a su conjunto único de propiedades como: resistencia a altas temperaturas, alta relación esfuerzo/densidad y resistencia a la corrosión, actualmente, el titanio y sus aleaciones han sido usados ampliamente en la industria aeroespacial y aeronáutica para muchos tipos de componentes estructurales, incluyendo estructuras y componentes de motores, así como en muchas aplicaciones no aeroespaciales. El Titanio y otros metales con estructura cristalográfica hexagonal desarrollan texturas de deformación que conducen a una anisotropía plástica pronunciada de la muestra policristalina [S. Zaefferer; 2003]. Varios factores pueden causar anisotropía en los metales, entre ellos están: la morfología de grano [U.F. Kocks y H Chandra; 1982], los precipitados de una segunda fase [K.E. Crosby et. al., 2000] y elementos de aleación sustitutos [M. J. Philippe; 1988].

Como consecuencia, la textura de la deformación puede variar con pequeños cambios en la composición del material [S. Zaefferer; 2003]. Los investigadores [K.E. Crosby et. al; 2000, A. Fieldly et. al., 1996] concuerdan con que las texturas cristalográficas resultado de un procesamiento termomecánico como rolado en frío o caliente son directamente responsables de la anisotropía en aleaciones de metales.

La anisotropía de las propiedades mecánicas es de gran importancia en la formación de partes y formas en las aleaciones; y el control de textura durante el procesamiento de las aleaciones puede proveer un uso benéfico de una gran variedad de texturas disponibles en α , próximo a α y otras aleaciones de Titanio [Zhu et. al., 1997].

De esta manera, llega a ser evidente que la comprensión de cómo el procesamiento Para alcanzar este objetivo, se aplicó la técnica termoeléctrica a

Justificación

especímenes rodados en frío altamente texturizados de Ti-6Al-4V, los cuales pasaron por un rodado unidireccional con reducción del espesor de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4mm.

CAPITULO 5

Objetivos

- Conocer el efecto que produce el tratamiento de recocido en la textura de los especímenes con diferentes espesores, medir el PTE y la velocidad ultrasónica.
- Conocer si existe diferencia en las mediciones del PTE y la velocidad ultrasónica respecto a la orientación del espécimen (en la dirección de rolado y perpendicular a la dirección de rolado).
- Medir el flujo de calor en la aleación mediante la ecuación de Fourier para conocer la dirección apropiada para el diseño de equipos.

CAPITULO 6

Hipótesis

Determinar el efecto del tratamiento térmico en el acomodo molecular

CAPITULO 7

DESARROLLO DEL TRABAJO

7.1. Procedimiento experimental

En este trabajo de investigación se evaluó la evolución de textura de especímenes de Ti-6Al-4V con espesores de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm. Con la finalidad de detectar la anisotropía del potencial termoeléctrico, a cada espécimen rolado en frío y tratados con el proceso de recocido, fueron realizadas 200 mediciones del potencial termoeléctrico, 100 mediciones en la dirección de rolado y 100 mediciones en la dirección perpendicular a la dirección de rolado.

Los especímenes con los tres diferentes espesores fueron sometidos a proceso de recocido, el cual consistió en calentarlos a 760° C por 4 horas y posteriormente se enfriaron lentamente a temperatura ambiente [Joshi V.A.; 2006], esto para permitir que la estructura cristalina se reacomodara completamente y cristalizara.

Para la medición del potencial termoeléctrico fueron empleadas dos puntas, una de ellas de oro y la otra de cobre. La presencia y el grado de textura de los tres especímenes de Ti-6Al-4V se comprobó con la técnica no destructiva de ultrasonido por medio de la velocidad ultrasónica de corte.

Éstos especímenes fueron proporcionados por Titanium Industries, Inc. en forma de laminas (3 piezas) en condiciones de rolado en frío, con dimensiones de 300 mm de largo, 300 mm de ancho y tres diferentes espesores de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm respectivamente, las cuales se muestran en la Figura 6.1. los cuales fueron rolados en frío con diferentes reducciones de espesor. Por consiguiente con un diferente grado de deformación plástica en cada uno de ellos.



Figura 7.1. Láminas utilizadas en la experimentación de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm de espesor respectivamente.

Los materiales hexagonales, tales como, el titanio y el zirconio, tienen un número limitado de sistemas de combinación y generalmente desarrollan una gran textura después del trabajado en frío. Los tres especímenes fueron cortados en un equipo conocido como Electric Discharge Machining (EDM), obteniendo las muestras en estudio con las siguientes dimensiones: a) 305 mm × 305 mm × 1.6 mm, b) 305 mm × 305 mm × 3.2 mm y c) 305 mm × 50 mm × 6.4 mm, las cuales se usaron en la caracterización no destructiva de textura.

Cada uno de estos tres especímenes de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm de sección de espesor respectivamente, se colocaron de tal manera que el ángulo entre la dirección de rolado (RD) y la superficie normal (PD) del espécimen fue a 0° y 90° respectivamente como se muestra en la figura 6.2.

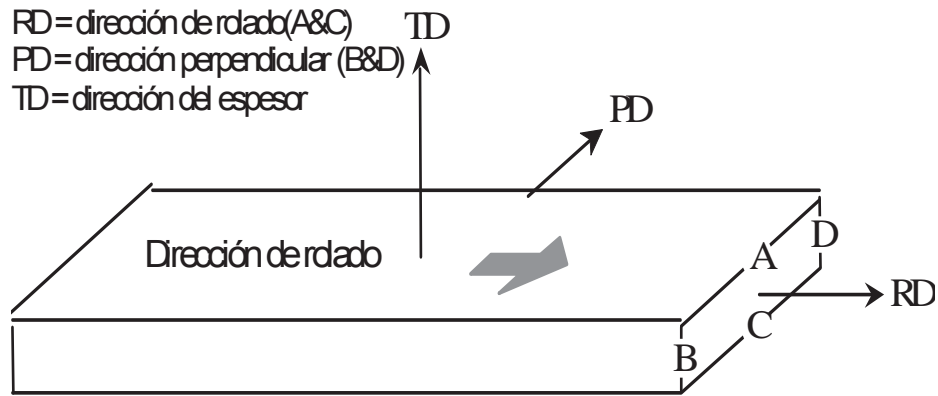


Figura 7.2. Arreglo geométrico del espécimen y el sistema cartesiano de coordenadas usado en las mediciones del PTE.

Con la finalidad de establecer la presencia y el grado de textura en los tres especímenes de Ti-6Al-4V (1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm), primero, se llevaron a cabo mediciones de ultrasonido para cada espécimen.

El principal efecto de la textura inducida en la velocidad de las ondas ultrasónicas, es el de disminuirlas en una dirección, a 0° , y hacerlas más rápidas en la dirección perpendicular, a 90° , debido al fenómeno de birrefringencia. Las dos ondas ultrasónicas están ortogonalmente polarizadas de manera mutua.

El equipo utilizado para realizar dichas mediciones fue un Osciloscopio Hewlett Packard 54602A, un pulsador receptor marca Panametrics 5072PR y un transductor de corte Panametrics V222-BB 20/0.25"; los cuales se muestran en la figura 6.3.

El funcionamiento para la captura de la señal ultrasónica se lleva a cabo de la manera siguiente: el pulsador emite un pulso eléctrico el cual excita al elemento piezoeléctrico que está dentro del transductor el cual debido al fenómeno de piezoelectricidad cambia la energía eléctrica en energía mecánica la cual genera una onda mecánica dentro del material a analizar.

7.1.2. Velocidad ultrasónica

Para la determinación de la velocidad ultrasónica se utilizara el método pulso-eco, en el cual un transductor genera un pulso ultrasónico y recibe su “eco”. El transductor funciona a la vez como transmisor y receptor de la señal (eco) ultrasónica dentro del material. El pulso ultrasónico viaja a través del espécimen a inspeccionar y se refleja en la cara posterior del mismo. Posteriormente, el transductor recibe la reflexión de los ecos, mientras que el pulso ultrasónico se mantiene reflejándose en la pared posterior del espécimen atenuándose con respecto del tiempo. La figura 7.3 muestra un tren de ecos de las múltiples reflexiones de la propagación ida-vuelta del pulso ultrasónico a través de un espécimen. El tiempo entre dos ecos es la longitud de tiempo requerida para que el pulso viaje a través del espécimen y regrese al transductor. Mientras que la atenuación ultrasónica (amplitud) decae exponencialmente con el tiempo. La velocidad del sonido en un sólido puede ser calculada por la siguiente formula:

$$c = \frac{2d}{\Delta t} \dots\dots\dots(17)$$

Donde:

c = velocidad de propagación en el material

d = distancia de propagación (espesor del espécimen)

Δt = tiempo entre ecos (ida-vuelta) adyacentes

El factor 2 en la ecuación 17 aparece debido a que la onda ultrasónica debe atravesar el espesor del espécimen dos veces (ida-vuelta) antes de regresar al transductor. Para lograr la mayor exactitud posible en la medición de la velocidad ultrasónica c , tanto el espesor del espécimen material d como Δt deben ser medidos con exactitud y corregidos por errores sistemáticos. Para ello, el

espécimen debe ser cuidadosamente maquinado para tener superficies lisas, planas y paralelas. La exactitud de las mediciones de Δt pueden ser mejorada considerablemente por la medición del intervalo de tiempo de manera precisa para ello se utiliza el método de ventaneo de las señales.

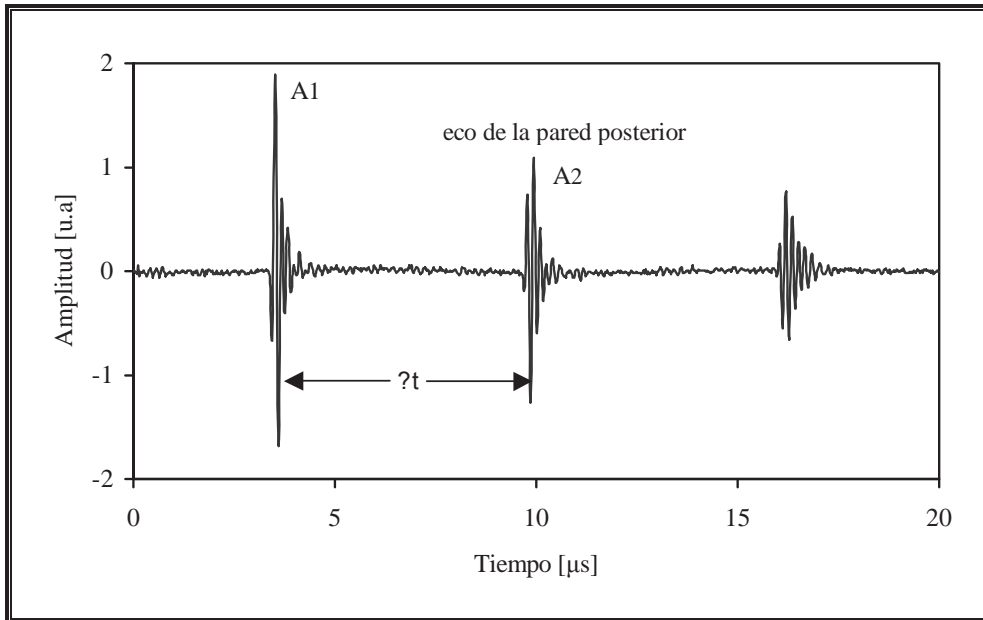


Figura 7.3. Tren de ecos recibidos por la pared posterior del espécimen

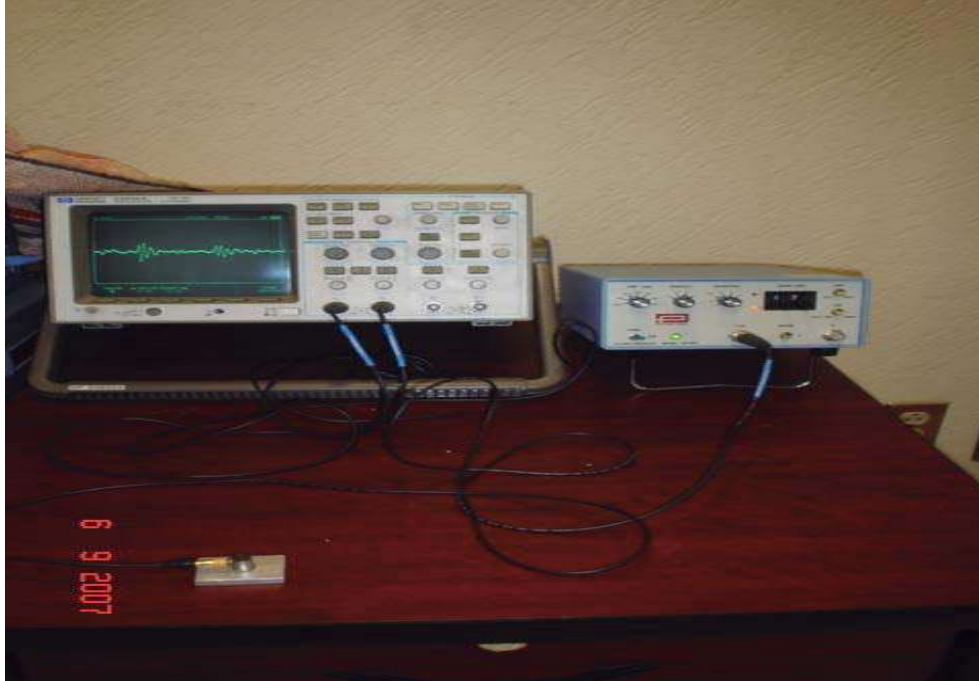


Figura 7.4. Osciloscopio Hewlett Packard 54602A, Pulsar/Receiver Panametrics 5072PR y transductor de corte Panametrics V222-BB 20/0.25"

El potencial termoeléctrico de cada espécimen de Ti-6Al-4V fue medido por un ThermoSorter (Walker Scientific, Inc.), el cual se muestra en la Figura 6.4. Para tal efecto fueron usadas dos puntas, una de ellas de oro y la otra de cobre.



Figura 7.5. ThermoSorter (Walker Scientific, Inc.)

Este instrumento es un medidor termoeléctrico de aleaciones usado en END, que provee lecturas relativas en unidades arbitrarias, por lo tanto primeramente fue calibrado con materiales con potencial termoeléctrico absoluto conocido como el cobre y con termopares estándar de Alumel y Chromel [Nayfeh A.H. et al., 2002]. La operación ATS-6044T esta basada en el principio termoeléctrico efecto Seebeck.

El instrumento termoeléctrico establece la diferencia de temperatura entre las puntas. Una punta esta a temperatura ambiente y la otra se calienta a una temperatura específica arbitraria fijada por el equipo. Las dos puntas de prueba se colocan en el espécimen de Ti-6Al-4V como se muestra en la Figura 6.5, completando el circuito eléctrico y obteniendo una señal. Después esta señal fue procesada para obtener una lectura máxima, la cual fue mostrada en microvolts en una pantalla digital. La lectura es representativa de la microestructura cristalina del espécimen en este caso debida a la anisotropía termoeléctrica.



Figura 7.6. Forma correcta en la que se realiza la medición

7.1.3. Calibración del Equipo

El equipo utilizado para la realización de las mediciones fue un ThermoSorter (Walker Scientific, Inc.), el cual fue necesario calibrar. Este equipo está compuesto por dos puntas de metales diferentes, una caliente y otra fría que al hacer contacto convenientemente con el espécimen generan entre sus extremos libres una diferencia de potencial proporcional a la diferencia de temperatura entre ellos. Su funcionamiento, se basa en el descubrimiento hecho por Seebeck T.J. en 1821, quien observó que en un circuito formado por dos conductores distintos, cuyas uniones soldadas se encuentran en medios con temperaturas distintas, aparece entre ambos una diferencia de potencial (f.e.m.). Posteriormente, se demostró que esta f.e.m. proviene en realidad de dos efectos diferentes:

- Efecto Peltier: básicamente es el contrario del efecto Seebeck, consiste en hacer pasar una corriente procedente de una fuente de energía eléctrica continua, a través de un circuito formado por dos conductores de distinta naturaleza, obteniéndose que una de sus uniones absorbe calor y la otra lo cede.

- Efecto Thompson: este consiste en la absorción o liberación de calor por parte de un conductor eléctrico, con un gradiente de temperaturas, por el cual circula una corriente eléctrica.

En la mayoría de los casos, la suma de los efectos Peltier y Thompson es aceptable considerarla como una buena aproximación del efecto Seebeck.

La mayoría de las tablas sobre termocuplas dan valores de voltajes en función de la temperatura. Sin embargo, existen tablas que dan valores del coeficiente Seebeck en función de la temperatura. Se define al coeficiente Seebeck como el cociente entre el voltaje generado en la termocupla (∇V) y la pequeña diferencia de temperatura (∇T) entre sus extremos [Heikes R. y Ure R;1961].

Para cada metal, es posible determinar su coeficiente Seebeck absoluto formando una cupla con un metal de referencia. Por convención, el signo de dicho coeficiente se dice positivo, si la corriente inducida fluye hacia el metal de referencia. Podemos ver en la figura 6.15 las curvas para los coeficientes Seebeck del Cobre, Chromel y Alumel usados en la termocupla a calibrar.

7.1.4. Procedimiento de calibración para las mediciones realizadas con la punta de Cu

Inicialmente, se tomaron lecturas de los valores del Coeficiente Seebeck absoluto para el Cobre, Chromel y Alumel de la figura 6.8 en el intervalo de 25 a 125°C, ya que este intervalo presenta una tendencia lineal, es necesario aclarar que aunque la figura 6.8 maneja valores en grados Celsius (°C); los valores que a continuación se reportan están en K ya que en un intervalo de temperatura 1° C = 1K. A continuación se muestra en la tabla 6.1 las lecturas para los cuatro especímenes:

Tabla 7.1. Mediciones realizadas a los especímenes con la punta de Cu

ESPECIMEN	LECTURA
Alumel	$[\mu\text{v}/\text{K}] 18,2$

Cobre	2,25
Chromel	22,4
Ti-6Al-4V	-4,9

Posteriormente, se realizaron varias mediciones de las probetas de Alumel, Cobre, Chromel y Ti-6Al-4V con la punta de cobre en la modalidad de alta sensibilidad y se realizó el cálculo de la media aritmética, cuyo valor numérico se muestra a continuación en la tabla 6.2.:

Tabla 7.2. Mediciones realizadas a las probetas de referencia con la punta de cobre

ESPECIMEN	MEDICIÓN
Alumel	$319,13$ [21,13 K]
Cobre	16,6
Chromel	-318,83
Ti-6Al-4V	122,6

Con el conjunto de valores de las tablas 6.1 y 6.2 se construyó la tabla 6.3 que se muestra a continuación, con cuyos valores se realizó la regresión lineal.

Tabla 7.3. Valores utilizados para la regresión lineal

	x	y
PROBETA		
Alumel	18,2 2,25	-319,13 12,5
Cobre	2,25	12,5
Chromel	22,4	-318,83
Ti-6Al-4V	-4,9	108,39

La ecuación de la línea recta que se obtiene con estos datos es:

$$y = -15.672025x + 36.60881$$

Finalmente, las mediciones realizadas con la punta de cobre a los diferentes especímenes de Ti-6Al-4V se ajustan con la ecuación anterior reordenándola de la siguiente manera:

$$x [\mu v / K] = \frac{\text{valor medido} [\mu v] - 36.60881}{-15.672025}$$

Además, se repitió el mismo procedimiento pero realizando las mediciones en la modalidad de *baja sensibilidad*; esto solo con la finalidad de mostrar que las mediciones de alta sensibilidad son más exactas:

Tabla 7.4. Mediciones realizadas a los especímenes con la punta de Cu en la modalidad de baja sensibilidad

ESPECIMEN	MEDICIÓN
Alumel	120,03 [$\mu v / K$]
Cobre	6
Chromel	-119,92
Ti-6Al-4V	45,6

A continuación se muestra el conjunto de valores con el que se realizó la regresión lineal:

Tabla 7.5. Valores utilizados para la regresión lineal en la modalidad de baja sensibilidad

	x	Y
PROBETA		
Alumel	18,2 [$\mu v / K$]	120,03
Cobre	2,25	6
Chromel	22,4	-119,92

Ti-6Al-4V	-4,9	45,6
-----------	------	------

La ecuación de la línea recta que se obtiene con estos datos es:

$$y = -5.92095x + 15.221868$$

Finalmente, se muestran los valores condensados y el gráfico obtenido:

Tabla 7.6. Resumen de mediciones obtenidas para la calibración con la punta de cobre

CALIBRACIÓN PARA EL Cu				
	ALTA SENSIBILIDAD		BAJA SENSIBILIDAD	
	Lectura de la figura	Mediciones	Lectura de la figura	Mediciones
PROBETA	[$\mu\text{V/K}$]	[μV]	[$\mu\text{V/K}$]	[μV]
Alumel	-18,2	319,13	-18,2	120,03
Cobre	2,25	12,5	2,25	6
Chromel	22,4	-318,83	22,4	-119,92
Ti-6Al-4V	-4,9	108,39	-4,9	45,6
	$y = -15,670744x + 36,369913$		$y = -5,92095x + 15,221868$	

Calibración Cu

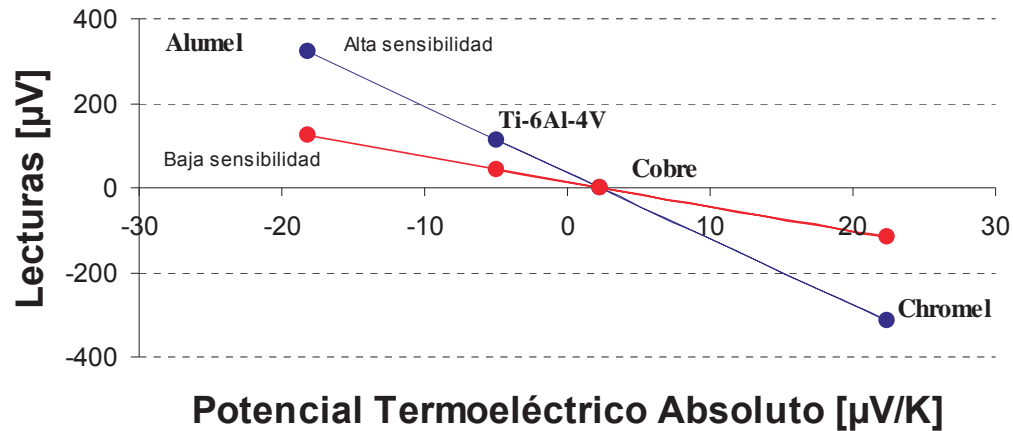


Figura 7.7. Curva de calibración para el Cobre

7.1.5. Procedimiento de calibración para las mediciones realizadas con la punta de Au

Para la calibración de la punta de oro, se siguió el mismo procedimiento que con la de Cobre, obteniendo los siguientes resultados los cuales se muestran de manera resumida en la tabla 6.7:

Tabla 7.7. Resumen de mediciones obtenidas para la calibración con la punta de oro

CALIBRACIÓN PARA EL Au				
	ALTA SENSIBILIDAD		BAJA SENSIBILIDAD	
	Lectura de la figura	Mediciones	Lectura de la figura	Mediciones
PROBETA	$[\mu\text{V/K}]$	$[\mu\text{V}]$	$[\mu\text{V/K}]$	$[\mu\text{V}]$
Alumel	-18,2	319,13	-18,2	120,03
Cobre	2,25	20,4	2,25	7,3
Chromel	22,4	-318,83	22,4	-119,92

Ti-6Al-4V	-4,9	110,7	-4,9	41,2
	$Y=-15,667842x+38,921289$		$y=-5,891133x+14,435314$	

Calibración Au

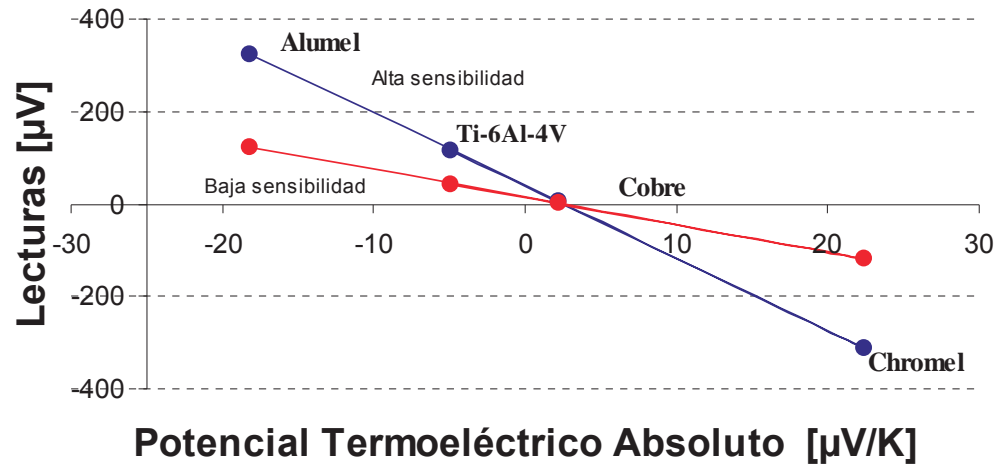


Figura 7.8. Curva de calibración para el Oro

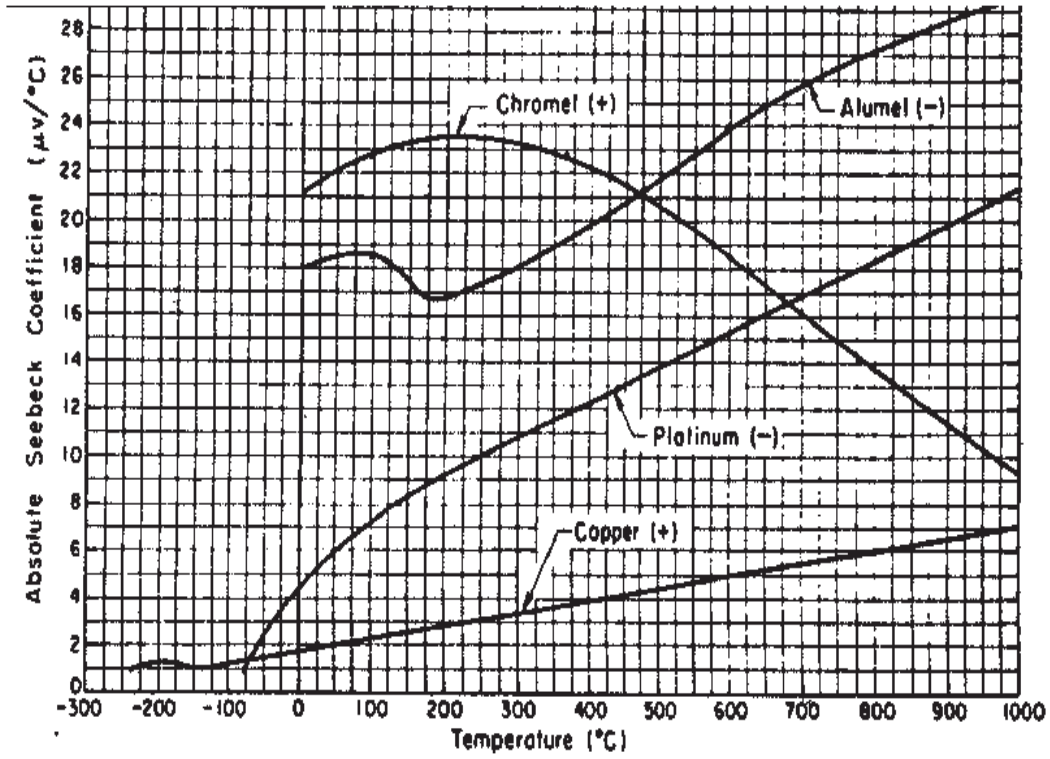


Figura 7.9. Coeficientes Seebeck absolutos en función de la temperatura, para distintos materiales usados comúnmente en la construcción de termocuplas. [Heikes R. y Ure R;1961]

CAPITULO 8

Para poder establecer la presencia y el grado de textura en los tres especímenes de Ti-6Al-4V (1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm), se llevaron a cabo mediciones de ultrasonido para cada espécimen. A continuación se indica brevemente la manera en que se realizaron dichas mediciones y los resultados obtenidos para los tres especímenes.

Las direcciones de los tres especímenes de Ti-6Al-4V rodados en frío fueron elegidas para coincidir con las direcciones de polarización de las ondas de corte lenta y rápida, respectivamente, es decir; a 0° y 90°.

A continuación, se muestran las mediciones del tiempo de propagación de ondas de corte realizadas a 0° y 90° en los tres especímenes de Ti-6Al-4V rodados y recocidos, las cuales se muestran en el gráfico de barras que se presenta en la figura 7.1 como diferencia relativa de tiempo de propagación de ondas de corte lenta y rápida para los tres especímenes rodados en frío y recocidos respectivamente.

Para los especímenes rodados en frío los tiempos de propagación de onda de corte medido se muestran en la tabla 7.1.:

Tabla 8.1. Tiempos de propagación de onda para especímenes rodados en frío

Espesor del espécimen [mm]	Tiempo de propagación [μs] 0°	Tiempo de propagación [μs] 90°	Promedio	Diferencia	Diferencia relativa
			[μs]	[μs]	[%]
1.6	1,096	1,145	1,1205	0,049	4,37
3.2	2,159	2,075	2,117	0,084	3,97
6.4	4,562	4,478	4,52	0,084	1,86

Para los especímenes recocidos los tiempos de propagación de onda de corte medidos se muestran en la tabla 7.2.:

Tabla 8.2. Tiempos de propagación de onda para especímenes recocidos

Espesor del espécimen [mm]	Tiempo de propagación [μs] 0°	Tiempo de propagación [μs] 90°	Promedio	Diferencia	Diferencia relativa
			[μs]	[μs]	[%]
1.6	3,925	3,878	3,9015	0,047	1,20
3.2	3,925	3,886	3,9055	0,039	1,00
6.4	3,926	3,884	3,905	0,042	1,08

Finalmente, se muestran los datos en el gráfico de barras que se muestra en la figura 7.1. De manera condensada los datos de esta figura se muestran en la Tabla 7.3.:

Tabla 8.3. Diferencia relativa de tiempos de propagación en especímenes rolados y recocidos

Espesor del espécimen	Diferencia relativa de especímenes rolados	Diferencia relativa de especímenes recocidos
[mm]	[%]	[%]
1.6	4,37	1,20
3.2	3,97	1,00
6.4	1,86	1,08

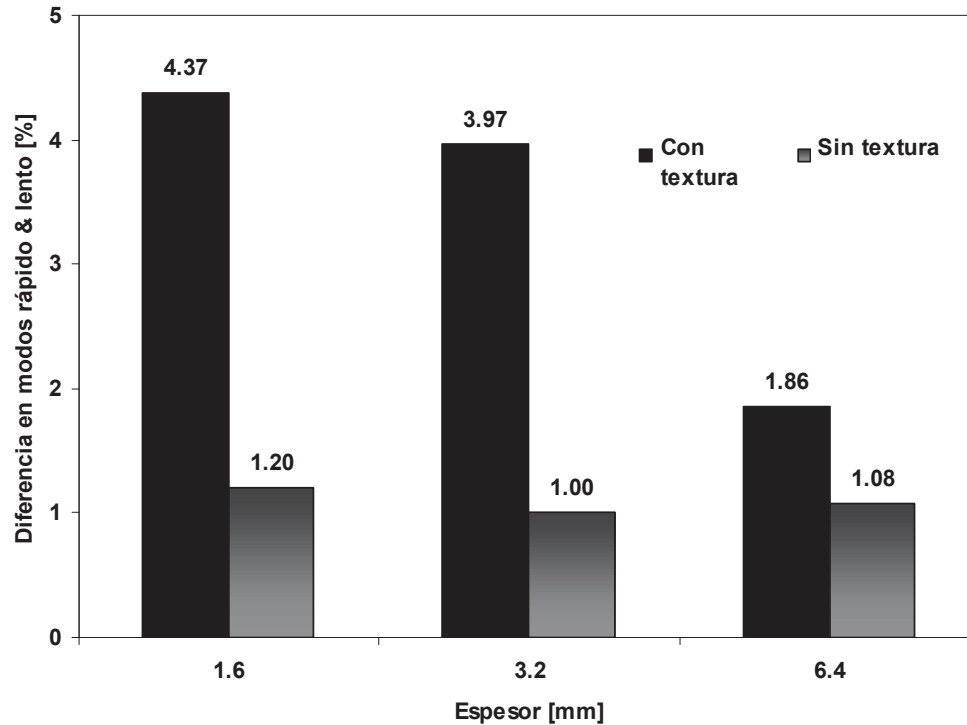


Figura 8.1. Mediciones de la onda de corte debido al fenómeno de birrefringencia en la dirección de rolado del espécimen

En los metales con arreglo cristalino hexagonal compacto (hcp) el pequeño número de sistemas de fácil deslizamiento, su distribución de átomos en el sistema y las relaciones estrictas de orientación cristalográfica, favorecen la formación de las maclas (twinning) y como consecuencia una fuerte deformación de textura. El mecanismo de deformación de textura es responsable de una fuerte anisotropía de las propiedades de los materiales [A.H. Nayfeh, H. Carreon, y P.B. Nagy; 2002]. La remarcable textura producida por el trabajado en frío en los especímenes de Ti-6Al-4V con diferentes grados de deformación (1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm), fue disminuida con el tratamiento de recocido realizado a dichos especímenes obteniendo que las diferencias de tiempos de propagación de las ondas de corte se minimizaran en un 1.20% para el espécimen con espesor de 1.6mm, 1.00% para el espécimen con espesor de 3.2mm y de 1.08% para el espécimen con espesor de 6.4mm como se muestra en la figura 7.1., esto fue comprobado utilizando la técnica de ultrasonido, lo cual sugiere las condiciones de recocido fueron suficientes para

ocasionar un reajuste de la estructura cristalina. Aunado a esta anisotropía morfológica debida a la estructura de grano hexagonal, las aleaciones de titanio también exhiben una anisotropía de conductividad eléctrica perceptible [R.H. Kropschot, y F.J. Blatt; 1959]. Inicialmente se realizaron cien mediciones del TEP, las cuales fueron tomadas en cada lado (A, B, C & D como lo muestra la figura 6.2.) de los tres especímenes de Ti-6Al-4V, los cuales habían sufrido un rolado en frío unidireccional con diferentes grados de deformación (1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm de reducción de espesor). Posteriormente, se realizó un análisis estadístico de dichas mediciones con la finalidad de obtener un histograma representativo; este análisis se puede ver en forma detallada en los apéndices B y C, en el que se muestran la clase y las frecuencias de las mediciones ya calibradas como se describió en el capítulo anterior.

8.1. Resultados obtenidos con la punta de Au

Las mediciones hechas con la punta caliente de oro sobre los especímenes de Ti-6Al-4V a los espesores de 1.6, 3.2 y 6.4 mm **rolados en frío y recocidos** se muestran en la figuras 7.1.a-7.1.f como un histograma de distribución de probabilidad para la dirección de rolado RD (A&C) y la dirección perpendicular PD (B&D); los valores promedio se encuentran en la tabla 7.4. La descripción detallada de la realización de dichos histogramas se muestra en los apéndices B y C.

Por ejemplo, para el espécimen con espesor de 1.6 mm rolado en frío, el PTE medido en la dirección RD (A&C) el potencial termoeléctrico fue de $-4.3935 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$, el cual es significativamente más alto que la magnitud del potencial termoeléctrico en la dirección PD (B&D), cuyo valor fue de $-5.2441 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$. La diferencia entre ambos valores es $\approx 17.65 \%$ y la desviación estándar fue de $0.14 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ o 2.8% , lo cual indica la presencia de una anisotropía significativa en el material. Mientras que los resultados del espécimen recocido con el mismo espesor, el PTE es aproximado en la dirección RD (A&C) con valor de $-4.4707 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ y la dirección PD (B&D) con valor de $-4.4682 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$, obteniendo una diferencia de $\approx 0.0571 \%$, lo cual indica que a las condiciones de recocido fueron suficientes para provocar un reajuste estructural, disminuyendo la anisotropía.

Tabla 8.4. PTE de los especímenes de Ti-6Al-4V con diferentes espesores medidos con la punta de oro

Espesor en [mm]	PTE en la dirección RD (A&C) [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$]	PTE en la dirección PD (B&D) [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$]	Diferencia entre el PTE [%]	Desviación estándar
Especímenes rolados en frío				
1.6	-4.3935	-5.2441	17.65	0.4370
3.2	-4.4254	-5.1834	15.78	0.3902
6.4	-4.4216	5.1937	16.06	0.3992
Especímenes con tratamiento de recocido				
1.6	-4.4707	-4.4682	0.0571	0.0652
3.2	-4.4573	-4.4490	0.1863	0.0621
6.4	-4.3827	-4.3979	0.3488	0.0805

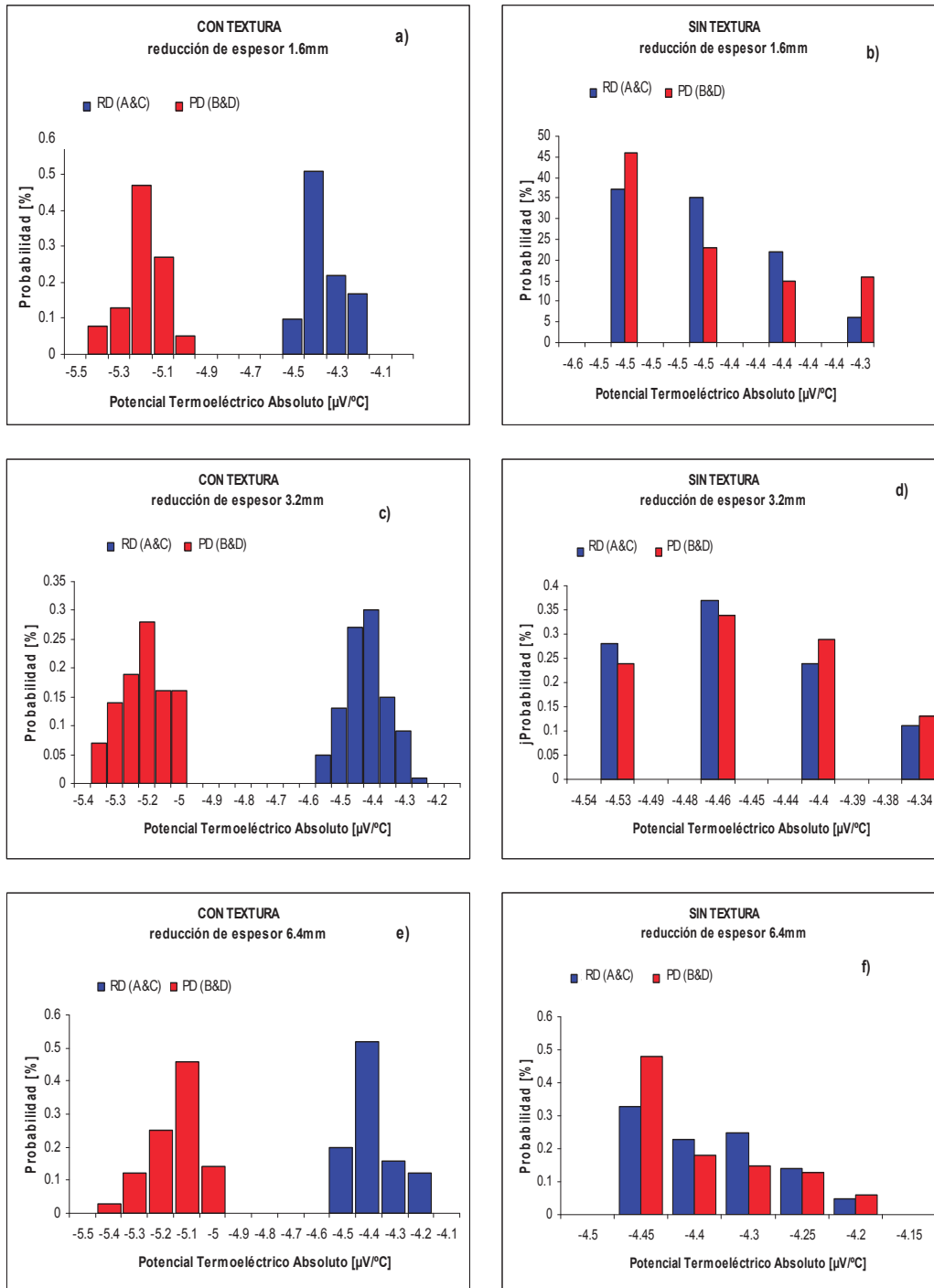


Figura 8.2. Evaluación termoeléctrica de la textura usando la punta de oro en especímenes de Ti-6Al-4V de 1.6, 3.2 y 6.4 mm de espesor

En la tabla 7.4., se encuentra de manera resumida los promedios de las mediciones del PTE para los especímenes a diferentes espesores, en la cual se puede apreciar que cuando las mediciones del PTE son realizadas en especímenes rodados en frío, la diferencia del PTE en las direcciones RD (A&C) y PD (B&D) son muy significativas, lo cual sugiere una desorganización estructural del material reflejado en anisotropía. Por otro lado, se puede apreciar que cuando los especímenes son recocidos, se provoca una reorganización estructural obteniendo diferencias de PTE muy cercanas, lo cual puede sugerir que independientemente del espesor, las condiciones de recocido aplicadas fueron suficientes para lograr disminuir la anisotropía en los especímenes.

8.2. Resultados obtenidos con la punta de Cu

En la Tabla 7.5 se muestra un resumen de las mediciones del potencial termoeléctrico para los tres especímenes medidos con la punta caliente de cobre rodados en frío y recocidos. A partir de esta tabla se observa la diferencia del potencial termoeléctrico con respecto a la dirección en los especímenes rodados en frío lo cual indica que existe la presencia de textura. También se observa claramente la desaparición de del potencial termoeléctrico con respecto a la dirección en los especímenes recocidos lo cual indica una disminución de textura y una anisotropía menos significativa.

Tabla 8.5. Resumen de las mediciones del potencial termoeléctrico para los especímenes medidos con la punta de cobre rolados en frío y recocidos

Espesor en [mm]	PTE en la dirección RD (A&C) [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$]	PTE en la dirección PD (B&D) [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$]	Diferencia entre el PTE [%]	Desviación estándar
Especímenes rolados en frío				
1.6	-5.1570	-6.05928	16.09	0.4621
3.2	-5.4735	-6.0816	10.89	0.3425
6.4	-5.1558	-6.1295	17.26	0.5040
Especímenes con tratamiento de recocido				
1.6	-5.1749	-5.1947	0.3815	0.0774
3.2	-5.2177	-5.1953	0.4289	0.0905
6.4	-5.1022	-5.1373	0.6855	0.0995'

Los resultados de la tabla 7.5 se observan de manera más clara en los histogramas que se muestran en la figura 7.3. Los cuales son para los tres especímenes medidos con la punta de cobre rolados en frío (con textura) y recocidos (sin textura).

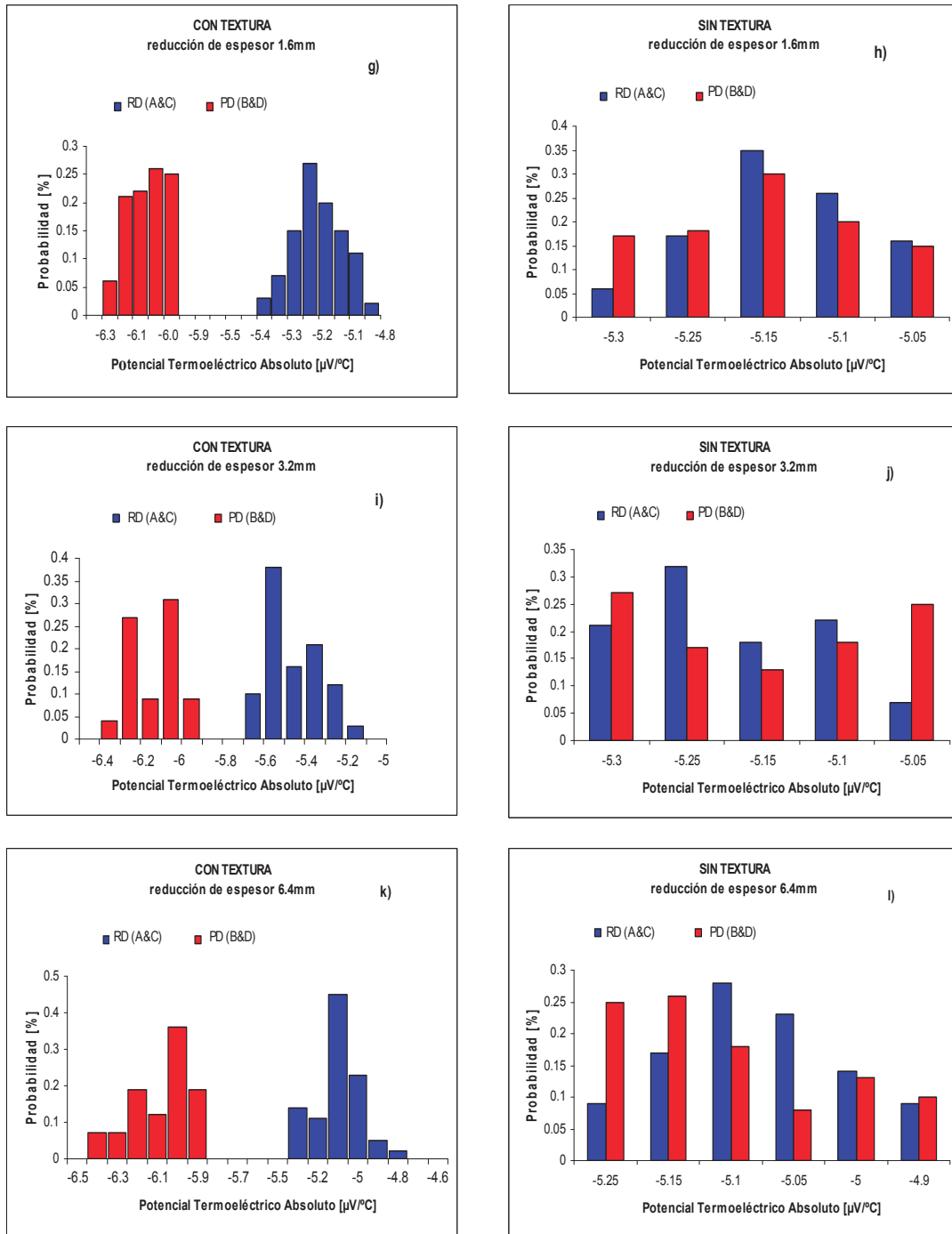


Figura 8.3. Evaluación termoelectrica de la textura usando la punta de cobre en especimenes de Ti-6Al-4V de 1.6, 3.2 y 6.4 mm de espesor

8.3. Resultados obtenidos con la ecuación de Fourier

A continuación se muestran de manera detallada los cálculos realizados con la ecuación de Fourier con la finalidad de comprobar que las mejores propiedades del material se encuentran en la dirección de rolado.

Para el espécimen de 1.6 mm de espesor:

$$\Delta T = 240 \text{ K}$$

Dimensiones del espécimen: 305 mm x 305 mm x 1.6 mm

Conductividad térmica: 7.2 W / m K, [Joshi V.A.; 2006]

Cálculo de área:

$$L \times L = 305\text{mm} \times 305\text{mm} = 93025\text{mm}^2 = 0.093\text{m}^2$$

Cálculo de flujo de calor en la dirección de rolado (RD):

$$\frac{dQ}{dt} = -k \cdot A \cdot \frac{dT}{dx}$$

Donde:

k = conductividad térmica

A = área de transferencia

$$dT = 240 \text{ K}$$

$$dx = 1.6 \text{ mm} = 0.0016 \text{ m}$$

$$\dot{Q} = 7.2 \frac{\text{W}}{\text{mK}} \cdot 0.093\text{m}^2 \cdot \frac{240\text{K}}{0.0016\text{m}} = 100467 \text{ W} = 100467 \text{ J/s}$$

Cálculo de flujo de calor en la dirección perpendicular a la dirección de rolado (PD):

$$\frac{dQ}{dt} = -k \cdot A \cdot \frac{dT}{dx}$$

Donde:

k = conductividad térmica

A = área de transferencia

Cálculo de área:

$$L \times L = 305\text{mm} \times 1.6\text{mm} = 488\text{mm}^2 = 4.88 \times 10^{-4} \text{ m}^2$$

$$dT = 240 \text{ K}$$

$$dx = 305 \text{ mm} = 0.305 \text{ m}$$

$$\dot{Q} = 7.2 \frac{\text{W}}{\text{mK}} \cdot 4.88 \times 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \frac{240 \text{ K}}{0.305 \text{ m}} = 2.7648 \text{ W} = 2.7648 \text{ J/s}$$

Para el espécimen de 3.2 mm de espesor:

$$\Delta T = 240 \text{ K}$$

Dimensiones del espécimen: 305 mm x 305 mm x 3.2 mm

Conductividad térmica: 7.2 W / m K, [Joshi V.A.; 2006]

Cálculo de área:

$$L \times L = 305 \text{ mm} \times 305 \text{ mm} = 93025 \text{ mm}^2 = 0.093 \text{ m}^2$$

Cálculo de flujo de calor en la dirección de rolado (RD):

$$\frac{dQ}{dt} = -k \cdot A \cdot \frac{dT}{dx}$$

Donde:

k = conductividad térmica

A = área de transferencia

$$dT = 240 \text{ K}$$

$$dx = 1.6 \text{ mm} = 0.0016 \text{ m}$$

$$\dot{Q} = 7.2 \frac{\text{W}}{\text{mK}} \cdot 0.093 \text{ m}^2 \cdot \frac{240 \text{ K}}{0.0032 \text{ m}} = 50233.5 \text{ W} = 50233.5 \text{ J/s}$$

Cálculo de flujo de calor en la dirección perpendicular a la dirección de rolado (PD):

$$\frac{dQ}{dt} = -k \cdot A \cdot \frac{dT}{dx}$$

Donde:

k = conductividad térmica

A = área de transferencia

Cálculo de área:

$$L \times L = 305\text{mm} \times 3.2\text{mm} = 976\text{mm}^2 = 9.76 \times 10^{-4}\text{m}^2$$

$$dT = 240\text{ K}$$

$$dx = 305\text{ mm} = 0.305\text{ m}$$

$$\dot{Q} = 7.2 \frac{\text{W}}{\text{mK}} \cdot 9.76 \times 10^{-4}\text{m}^2 \cdot \frac{240\text{K}}{0.305\text{m}} = 5.5296\text{ W} = 5.5296\text{ J/s}$$

Para el espécimen de 6.4 mm de espesor:

$$\Delta T = 240\text{ K}$$

Dimensiones del espécimen: 305 mm x 50 mm x 6.4 mm

Conductividad térmica: 7.2 W / m K, [Joshi V.A.; 2006]

Cálculo de área:

$$L \times L = 305\text{mm} \times 50\text{mm} = 15250\text{mm}^2 = 0.0153\text{m}^2$$

Cálculo de flujo de calor en la dirección de rolado (RD):

$$\frac{dQ}{dt} = -k \cdot A \cdot \frac{dT}{dx}$$

Donde:

k = conductividad térmica

A = área de transferencia

$$dT = 240\text{ K}$$

$$dx = 1.6\text{ mm} = 0.0016\text{ m}$$

$$\dot{Q} = 7.2 \frac{\text{W}}{\text{mK}} \cdot 0.0153\text{m}^2 \cdot \frac{240\text{K}}{0.0064\text{m}} = 4117.5\text{ W} = 4117.5\text{ J/s}$$

Cálculo de flujo de calor en la dirección perpendicular a la dirección de rolado (PD):

$$\frac{dQ}{dt} = -k \cdot A \cdot \frac{dT}{dx}$$

Donde:

k = conductividad térmica

A = área de transferencia

Cálculo de área:

$$L \times L = 305\text{mm} \times 6.4\text{mm} = 1952\text{mm}^2 = 1.952 \times 10^{-3} \text{m}^2$$

$$dT = 240 \text{ K}$$

$$dx = 305 \text{ mm} = 0.305 \text{ m}$$

$$\dot{Q} = 7.2 \frac{\text{W}}{\text{mK}} \cdot 1.952 \times 10^{-3} \text{m}^2 \cdot \frac{240\text{K}}{0.305\text{m}} = 11.0592\text{W} = 11.0592\text{J} / \text{s}$$

En la tabla 8.6. se muestran de manera resumida los flujos de calor obtenidos con la ecuación de Fourier. A partir de esta tabla observamos que los valores para la dirección de rolado son mayores, lo cual indica que la transferencia de calor en esa dirección es mayor que en la dirección perpendicular a la dirección de rolado; por lo tanto si se requieren diseñar tubos para intercambiadores de calor se utiliza la aleación en la dirección de rolado ya que la transferencia de calor es mayor y si se quiere diseñar una columna de fraccionamiento la dirección conveniente es la perpendicular a la dirección de rolado ya que la transferencia de calor es menor.

Tabla 8.6. Flujos de calor obtenidos con la ecuación de Fourier

En la dirección RD		En la dirección PD	
Espesor [mm]	Q [J/s]	Espesor [mm]	Q [J/s]
1.6	100467	1.6	2.7648
3.2	50233.5	3.2	5.5296
6.4	4117.5	6.4	11.0592

CAPITULO 9

De forma condensada se muestra en la figura 8.1 la diferencia relativa en las mediciones del PTE para la dirección de rolado RD (A&C) y la dirección perpendicular PD (B&D) en los especímenes de Ti-6Al-4V con diferentes grados de deformación de espesor antes (con textura) y después (sin textura) del recocido. Este gráfico se realizó de manera similar al gráfico 6.9 que muestra el fenómeno de birrefringencia. Antes del recocido (con textura), las mediciones del PTE muestran una excelente correlación con el grado de deformación usando una punta de referencia de oro y de cobre respectivamente. Después del recocido (sin textura), todos los efectos de anisotropía de textura morfológica causados por la existencia de una orientación cristalográfica preferente en la estructura policristalina durante el proceso de manufactura (trabajado en frío) desaparecieron. Como resultado, en todos los casos la diferencia relativa en el coeficiente de PTE es casi nula. Además, las mediciones de ultrasonido se redujeron en $\approx 1.0\%$ en la onda relativa de corte debido al fenómeno de birrefringencia de los especímenes de Ti-6Al-4V rodados en frío con diferentes grados de deformación después del recocido como se muestra en la Figura 7.1.

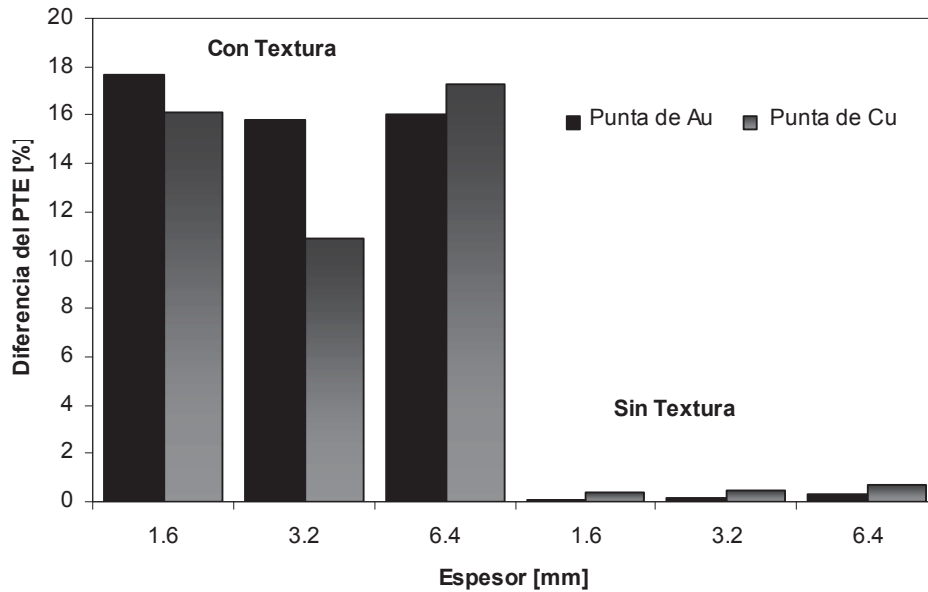


Figura 9.1. Diferencia relativa en las mediciones del PTE en especímenes de Ti-6Al-4V rodado en frío con diferentes grados de deformación antes (con textura) y después (sin textura) del tratamiento térmico (recocido)

Finalmente, para demostrar que las mediciones del TEP realizadas en los especímenes de Ti-6Al-4V rodados en frío fueron debidas a la presencia de una remarcable anisotropía macroscópica, los especímenes de Ti-6Al-4V rodados en frío fueron sometidos a un tratamiento térmico (recocido) [Joshi, V.A.; 2006]. La microestructura del espécimen de Ti-6Al-4V con una reducción de espesor de 1.6 mm se muestra en la figura 8.2 en la cual, se observan las imágenes metalográficas que fueron tomadas después de seccionar, pulir y atacar el espécimen para poder revelar la microestructura antes y después del recocido. La microestructura metalográfica antes del recocido claramente expone la dirección de rolado (RD) a lo largo de los lados (A&C) Fig. 8.2 (a), en la cual la orientación preferencial de los granos elongados es revelada, esto quizá debido a que durante el proceso de rolado frío, para la mayoría de los materiales, la estructura queda tensionada internamente debido al esfuerzo provocado, lo que ocasiona una disminución en su resistencia mecánica y a la corrosión, por tal motivo es necesario proporcionar una reacomodo atómico para disminuir su tensión, en muchos casos se aplica el recocido o revelado de esfuerzos. Como se muestra en la Figura 8.2 (b), en la que se observa una estructura de grano

relativamente equiaxiada y al azar sin orientación preferencial y una condición bimodal después del recocido.

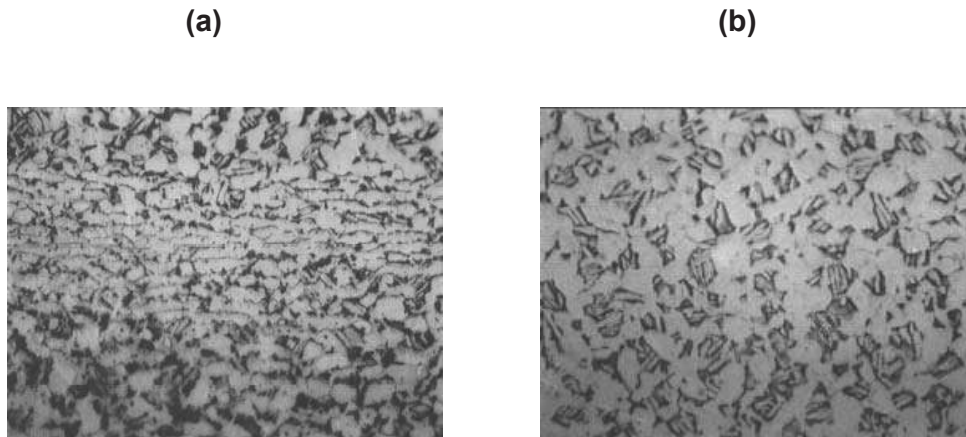


Figura 9.2. Microestructura del espécimen de Ti-6Al-4V con una reducción de espesor de 1.6 mm antes y después del recocido a 500x. (a) Antes del recocido, revela granos alargados con orientación preferencial (con textura) debido al proceso de rolado y (b) Después del recocido, revela granos equiaxiados sin orientación preferencial

CAPITULO 10

Se encontró que el coeficiente del PTE esta asociado directamente con la anisotropía y la microestructura en un material altamente texturizado que presenta anisotropía morfológica y cristalográfica debido a la deformación plástica producida por el proceso de manufactura de rolado en frío del Ti-6Al-4V. Además, la diferencia relativa entre las velocidades de onda ultrasónicas rápida y lenta muestra una correlación directa con la presencia de una anisotropía significativa en los especímenes de Ti-6Al-4V rolados en frío con diferentes grados de reducción de espesor y con las mediciones del PTE antes y después del recocido.

La anisotropía mecánica medida como la birrefringencia por la onda de corte se muestra más marcada que la anisotropía termoeléctrica medida por la direccionalidad del coeficiente del PTE por que las mediciones del PTE examinan la superficie o la superficie cercana de la muestra, mientras que las mediciones de ultrasonido determinan el promedio de las propiedades del material a lo largo de todo el espesor de la muestra. Además, la corriente y/o calor (fenómeno de termoelectricidad) no fluiría simplemente en una sola dirección bien definida mientras que el ultrasonido es fuertemente polarizado en 2 direcciones discretas.

Los resultados también indican que la detección sensible del método de contacto termoeléctrico puede ser incrementada ligeramente usando una punta de referencia de oro caliente como electrodo para detectar el nivel de deformación plástica inducido por el rolado en frío en un material altamente texturizado. Las mediciones termoeléctricas claramente demuestran que el PTE es una propiedad intrínseca valiosa del material para la evaluación del ordenamiento cristalino.

CAPITULO 11

Las siguientes son algunas sugerencias para trabajos futuros basadas en las conclusiones y problemas identificados en el curso del presenta trabajo.

1. Realizar mediciones del PTE a diferentes materiales con diferentes tratamientos térmicos, con la finalidad de observar las diferentes velocidades de difusión de electrones de acuerdo con los diferentes arreglos cristalinos.
2. Utilizar otras puntas de referencia, una buena opción es utilizar una punta de Ni, ya que esta es de fácil adquisición en el mercado y observar que tan buenos resultados da con respecto a las puntas utilizadas en el presente trabajo, de Cu y de Au.

CAPITULO 12

Blodgett M., y Nagy P.B. (1998), Anisotropic Grain Noise in Eddy Current Inspection of Noncubic Polycrystalline Metals, Applied Physics Letters 72, p.1045-1047.

Bomberger H.B., Froes F.H., Morton P.H. (1985), Titanium technology: present status and future trends, Titanium Development Association, p. 3.

Boyer R., Welsch G., Collings E. W. (1994), Materials properties handbook: Titanium alloys, ASM International, Materials Park, OH, p. 311.

Carabajar S., Merlin J., Massardier V., y Chabanet S. (2000), Materials Science and Engineering A 281, p. 132-142.

Carreon H. (2002), Detection of surface imperfections in metals by a non contacting thermoelectric method. University of Cincinnati.

Carreon H. (2006), Thermoelectric Nondestructive Texture Characterization in Ti-6Al-4V. NDT. & E International 39, p.433-440.

Castello G.A. (2005), Effect of Thermo-Mechanical treatment on texture evolution of polycrystalline alpha titanium. The Florida State University, College of Engineering.

Chin G.Y. (1975), Metallurgical Transactions A, vol. 6, p. 238.

Conrad H. (1981), Prog. Materials Science, vol. 26, p. 123.

Collings E.W. (1994), The Physical Metallurgy of titanium Alloys, ASM, Metals Park, Oh.

Crosby K.E., Mirshams R.A., y Pang S.S. (2000), Development Of Texture and Texture Gradient in Al-Cu-Li (2195) Thick Plate, Journal of Materials Science vol. 35, p. 3189-3195

Cullity B.D. (2001), Elements of X-Ray Diffraction, Prentice-Hall, New Jersey.

Dieter G.E. (1986), Mechanical Metallurgy, McGraw-Hill, New York.

Fjeldly A., Roven H.J. (1996), Acta Materialia, vol. 44, p. 3497.

Froes F. H. (1990), JOM, vol. 42-3, p.16.

Fulton J.P (1993), Automated Weld Characterization using the Thermoelectric Method, Report Nondestructive Evaluation Science Branch NASA.

Groves G.W., Kelly A. (1963), Philosophic Magazine, vol.8, p. 877.

Guillaume M.J., Beauvais C., Hocheid B. (1981), Proceedings of ICOTOM 6, Tokyo, p.975.

Heikes R. y Ure R. (1961), Science and Engineering of Thermoelectricity, Clarendon Press Co., Capítulos 1, 2 y 10.

Hosford, W.F. y, J.L. Duncan (1994), The Aluminium Beverage Can, Scientific American, p.48-53.

Hunter M.A. (1910), J. American Chemical Society, vol. 32, p. 330.

Joshi V.A. (2006), Titanium alloys: An Atlas of Structures and Fracture Features, Taylor & Francis, p. 59-70.

Kawaguchi H., y Yamanaka S. (2004), Journal of Nondestructive Evaluation 23, p. 65-76.

Kocks U.F., y Chandra H. (1982), Slip Geometry in Partially Constrained Deformation, *Acta Metallurgica*, vol. 30, p. 695-709.

Kocks U.F. (1998), *Texture and Anisotropy: Preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties*, Cambridge University Press, U.K.

Kropschot R.H., y Blatt F.J. (1959), Thermoelectric Power of Cold-Rolled Pure Copper, *Journal of Physical Review* 116, p. 617-620.

Lasseigne A.N., Olson D.L., Boellinghaus Th., Kaydanov V.I. (2005), *Metallurgical and Materials Transactions* 36A, p. 3031-3039.

McQuillan A.D., McQuillan M.K. (1956), *Titanium*, Academic Press, New York, Butterworks scientific publications, London.

Mizera J., Driver J.H., Jezierska E., Kurzydłowski (1996), *Materials Science and Engineering A*, vol. 212, p. 94.

Mott N.F., y Jones H. (1958), *The Theory of the Properties of Metals and Alloys*, Dover Publications, New York, p.305–314.

Nagy P.B., y Hu J. (1998), *Applied Physics Letters* 73, p. 467-469.

Nagy P.B. (1999), *Ultrasonic Nondestructive Evaluation*, Department Aerospace Eng. & Eng. Mechanics, p. 1.1- 2.30.

Nayfeh A.H., Carreon H., y Nagy P.B., (2002), Role of Anisotropy in Noncontacting Thermoelectric Materials Characterization, *Journal of Applied Physics* 91, p. 225-231.

Ogdom H.R., Gonser B.W. (1956), *Rare Metals Handbook*, C. A. Hempel, Reinhold press New York.

Park Y.D., Kaydanov V.I., Mishra B., y Olson D.L. (2005), Quantitative NDE, Vol. 24 AIP, p. 1308-1315.

Partridge P.G. (1967), Metallurgical Reviews, vol.12, p. 169.

Philippe M.J., Beauvais C., Hocheid B. (1984), Proceedings of ICOTOM 7, p. 519.

Philippe M.J., Mellab F.E., Wagner F., Esling C., Hochheid B. (1988), Proceedings of the Sixth World Conference on Titanium, Les Ullis, p. 135.

Philippe M.J., Serghat M., Van Houtte, P., Esling, C. (1995), Acta Metallurgica., vol. 43, p. 1619.

Polmear Ii. (1995), Light Alloys-Metallurgy of the Light Metals, John Wiley and Sons, New York.

Pollock D.D. (1985), Thermoelectric ASTM, Philadelphia, PA, p.39–174.

Randle V., Engler O. (2000), Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, microtexture and Orientation Mapping, Gordon and Breach Science Publishers.

Reed-Hill R.E. (1992), Physical Metallurgy Principals, PWS-Kent Publishing Company, Boston.

R.H. Kropschot, y F.J. Blatt (1959), Thermoelectric Power of Cold-Rolled Pure Copper, Journal of Physical Review 116, p.617-620.

Rosi F.D., Perkins F.C., Seigle L.L. (1956), Transactions of AIME, January, p. 115.

Rowe V.A. y Schroeder P.A. (1969), Thermopower Of Mg, Cd and Zn between 1.2° and 300°K, Phys. Chems. Solids, Pergamon press 1970, vol. 31, p. 1-8.

Sálan Ballesteros N. (2005), Tecnología de Proceso y Transformación de materiales, Ediciones UPC, ISBN 848301789X, p. 83-90.

Smallman R.E. y, Bishop R. J. (1999), Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering, 6th Edition, Butterworth Heinemann, p.15.

Walpole R.E., Myers R.H. y, Myers S.L. (1999), Probabilidad y estadística para ingenieros, Pearson Educación, Sexta Edición, p. 244-310.

Wood R.A. (1972), Titanium Alloys Handbook, Metals and Ceramics, Information Center, Battelle, Publication No. MCIC-HB-02, December.

Yoo M.H. (1981), Metallurgical Transactions A, vol.12, p. 409.

Zaefferer S. (2003), A Study of Active Deformation Systems in Titanium Alloys: Dependence on Alloy Composition and Correlation with Deformation Texture, Materials Science and Engineering A 344, p. 20-30.

Zhu Z.S., Liu R.Y., Yan M.G., Cao C.X. (1997), Journal of Materials Science, vol. 32, p. 5163.

CAPITULO 13

EFEECTO SEEBECK

Este fenómeno termoeléctrico fue observado por primera vez por Seebeck en 1826, quien encontró que una fuerza electromotriz era producida cuando dos uniones entre materiales distintos se mantenían a temperaturas diferentes. Este fenómeno es llamado efecto Seebeck. En la actualidad la principal aplicación del efecto Seebeck es para la medición de la temperatura en materiales (termopares); estos consisten en dos alambres de metales diferentes soldados entre si que forman un bucle. Se produce un voltaje termoeléctrico entre las uniones A y B, proporcionado por una diferencia de temperatura entre los dos puntos de la figura 1. El voltaje $\Delta V = V_b - V_a$ es un voltaje termoeléctrico desarrollado por el termopar y el potencial termoeléctrico esta dado por:

$$S_{AB} = S_B - S_A = \lim_{\Delta T \rightarrow 0} (\Delta V / \Delta T)$$

Para tener una mejor comprensión de este fenómeno, se mostrarán con detalle las relaciones para el termopar del la figura 1.

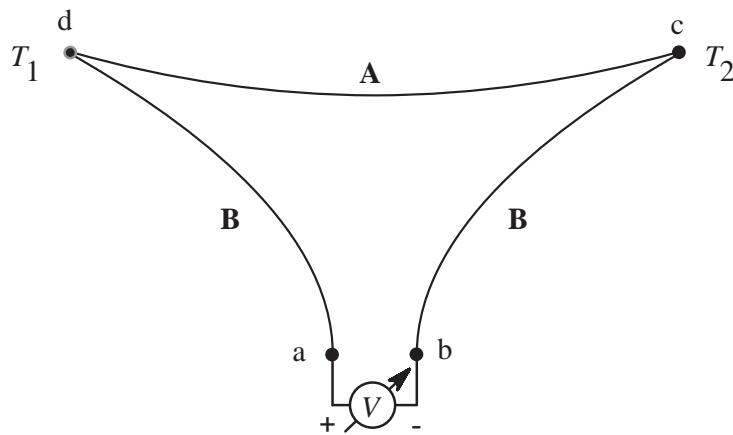


Figura A.1- Diagrama esquemático del efecto Seebeck

Asumiendo que los puntos de las terminales a y b están a la misma temperatura, mientras que las uniones c y d se encuentran a diferentes temperaturas T_2 y T_1 . Definimos al potencial termoeléctrico absoluto S, el cual es una propiedad física del material, mediante la siguiente relación:

$$E = S\nabla T$$

donde E es el campo eléctrico en el material y ∇T es el gradiente de temperatura. Asumiendo que los materiales conductores A y B de la figura 1 tienen simetría cúbica tenemos:

$$-\nabla V = S\nabla T \quad \text{or} \quad dV = -SdT$$

Entonces,

$$\begin{aligned} \Delta V &= V_b - V_a = (V_b - V_c) + (V_c - V_d) + (V_d - V_a) \\ &= \int_c^b dV + \int_d^c dV + \int_a^d dV \\ &= -\int_c^b S_B dT - \int_d^c S_A dT - \int_a^d S_B dT \\ &= -\int_c^d S_B dT - \int_d^c S_A dT \end{aligned}$$

Finalmente,

$$\Delta V = -\int_{T_1}^{T_2} [S_B(T) - S_A(T)] dT$$

La integral del termovoltaje ΔV que resulta de un termopar formado por dos materiales conductores A y B es una función de las propiedades termoeléctricas del material y del gradiente de temperatura entre las dos uniones.

DESCRIPCIÓN DE LA CONSTRUCCIÓN DE HISTOGRAMAS

HISTOGRAMA PARA LA MUESTRA DE Ti-6AL-4V CON 3.2 mm DE ESPESOR ROLADA EN FRÍO Y POSTERIORMENTE RECOCIDA UTILIZANDO LA PUNTA DE AU

Inicialmente, las mediciones realizadas con la punta de oro en la dirección de rolado y en la dirección perpendicular a la dirección de rolado, para este espécimen rolado en frío se calibran utilizando la ecuación de la línea recta correspondiente, que en este caso es:

$$y=-15,672x+38,965$$

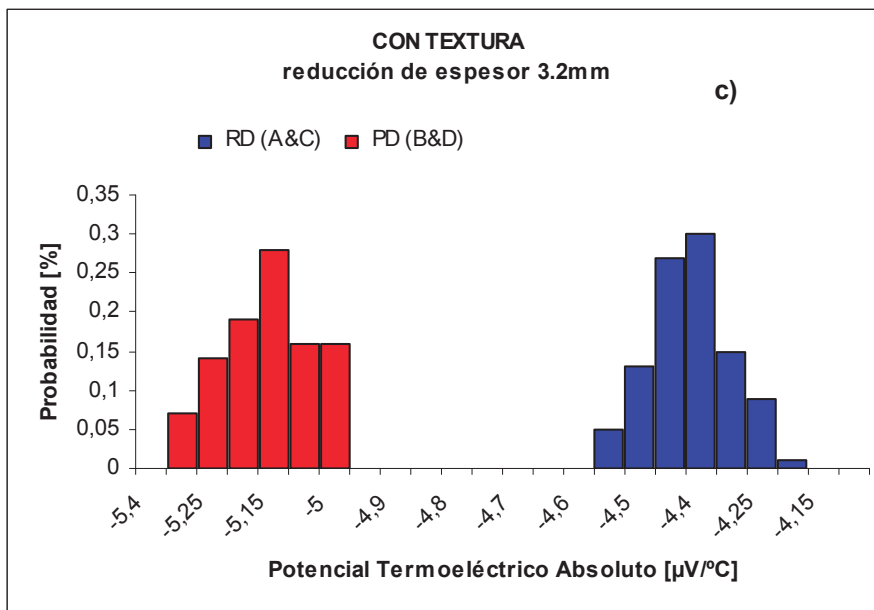
A continuación se muestran los datos ya a justados con dicha ecuación:

MEDICIÓN	DIRECCIÓN		RD	PD	MEDICIÓN	DIRECCIÓN		RD	PD
	RD	PD	CALIBRADA [µV/C]			RD	PD	CALIBRADA [µV/C]	
1	109	122	-4,4688	-5,2983	51	109	121	-4,4688	-5,2345
2	109	122	-4,4688	-5,2983	52	109	121	-4,4688	-5,2345
3	107	122	-4,3412	-5,2983	53	109	121	-4,4688	-5,2345
4	108	122	-4,4050	-5,2983	54	110	121	-4,5326	-5,2345
5	109	122	-4,4688	-5,2983	55	108	121	-4,4050	-5,2345
6	106	122	-4,2774	-5,2983	56	109	121	-4,4688	-5,2345
7	110	122	-4,5326	-5,2983	57	109	121	-4,4688	-5,2345
8	108	122	-4,4050	-5,2983	58	109	121	-4,4688	-5,2345
9	109	122	-4,4688	-5,2983	59	106	121	-4,2774	-5,2345
10	111	122	-4,5964	-5,2983	60	107	121	-4,3412	-5,2345
11	109	122	-4,4688	-5,2983	61	109	121	-4,4688	-5,2345
12	108	122	-4,4050	-5,2983	62	109	121	-4,4688	-5,2345
13	108	122	-4,4050	-5,2983	63	110	121	-4,5326	-5,2345
14	108	122	-4,4050	-5,2983	64	107	121	-4,3412	-5,2345
15	110	118	-4,5326	-5,0431	65	110	121	-4,5326	-5,2345
16	107	118	-4,3412	-5,0431	66	108	123	-4,4050	-5,3621
17	108	118	-4,4050	-5,0431	67	108	123	-4,4050	-5,3621
18	108	118	-4,4050	-5,0431	68	109	123	-4,4688	-5,3621
19	109	118	-4,4688	-5,0431	69	107	123	-4,3412	-5,3621
20	109	118	-4,4688	-5,0431	70	108	123	-4,4050	-5,3621

21	109	118	-4,4688	-5,0431	71	111	123	-4,5964	-5,3621
22	109	118	-4,4688	-5,0431	72	108	123	-4,4050	-5,3621
23	107	118	-4,3412	-5,0431	73	108	120	-4,4050	-5,1707
24	110	118	-4,5326	-5,0431	74	105	120	-4,2136	-5,1707
25	109	118	-4,4688	-5,0431	75	108	120	-4,4050	-5,1707
26	108	118	-4,4050	-5,0431	76	106	120	-4,2774	-5,1707
27	109	118	-4,4688	-5,0431	77	111	120	-4,5964	-5,1707
28	110	118	-4,5326	-5,0431	78	110	120	-4,5326	-5,1707
29	109	118	-4,4688	-5,0431	79	108	120	-4,4050	-5,1707
30	110	118	-4,5326	-5,0431	80	108	120	-4,4050	-5,1707
31	108	119	-4,4050	-5,1069	81	109	120	-4,4688	-5,1707
32	109	119	-4,4688	-5,1069	82	110	120	-4,5326	-5,1707
33	106	119	-4,2774	-5,1069	83	107	120	-4,3412	-5,1707
34	110	119	-4,5326	-5,1069	84	111	120	-4,5964	-5,1707
35	107	119	-4,3412	-5,1069	85	106	120	-4,2774	-5,1707
36	106	119	-4,2774	-5,1069	86	108	120	-4,4050	-5,1707
37	108	119	-4,4050	-5,1069	87	108	120	-4,4050	-5,1707
38	107	119	-4,3412	-5,1069	88	107	120	-4,3412	-5,1707
39	106	119	-4,2774	-5,1069	89	109	120	-4,4688	-5,1707
40	108	119	-4,4050	-5,1069	90	108	120	-4,4050	-5,1707
41	108	119	-4,4050	-5,1069	91	106	120	-4,2774	-5,1707
42	109	119	-4,4688	-5,1069	92	108	120	-4,4050	-5,1707
43	109	119	-4,4688	-5,1069	93	108	120	-4,4050	-5,1707
44	108	119	-4,4050	-5,1069	94	106	120	-4,2774	-5,1707
45	110	119	-4,5326	-5,1069	95	108	120	-4,4050	-5,1707
46	110	119	-4,5326	-5,1069	96	108	120	-4,4050	-5,1707
47	107	121	-4,3412	-5,2345	97	107	120	-4,3412	-5,1707
48	108	121	-4,4050	-5,2345	98	107	120	-4,3412	-5,1707
49	109	121	-4,4688	-5,2345	99	107	120	-4,3412	-5,1707
50	111	121	-4,5964	-5,2345	100	107	120	-4,3412	-5,1707

Posteriormente se estableció un intervalo utilizando los límites superior e inferior de las mediciones calibradas. Con dicho intervalo se establecieron la clase y la frecuencia de las mediciones, las cuales sirvieron para la construcción del histograma como se muestra a continuación:

	RD	PD		RD	PD
Clase	Frecuencia	Frecuencia	Clase	Frecuencia	Frecuencia
-5,4	0	0	-4,7	0	0
-5,35	0	0,07	-4,65	0	0
-5,25	0	0,14	-4,6	0	0
-5,2	0	0,19	-4,55	0,05	0
-5,15	0	0,28	-4,5	0,13	0
-5,1	0	0,16	-4,45	0,27	0
-5	0	0,16	-4,4	0,3	0
-4,95	0	0	-4,3	0,15	0
-4,9	0	0	-4,25	0,09	0
-4,85	0	0	-4,2	0,01	0
-4,8	0	0	-4,15	0	0
-4,75	0	0	-4,1	0	0



Este procedimiento se repitió para el mismo espécimen que fue recocido:

MEDICIÓN	DIRECCIÓN		RD	PD	MEDICIÓN	DIRECCIÓN		RD	PD
	RD	PD	CALIBRADA [$\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$]			RD	PD	CALIBRADA [$\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$]	
1	108	108	-4,4050	-4,4050	51	107	109	-4,3412	-4,4688
2	109	108	-4,4688	-4,4050	52	107	109	-4,3412	-4,4688
3	109	109	-4,4688	-4,4688	53	109	109	-4,4688	-4,4688
4	109	110	-4,4688	-4,5326	54	107	108	-4,3412	-4,4050

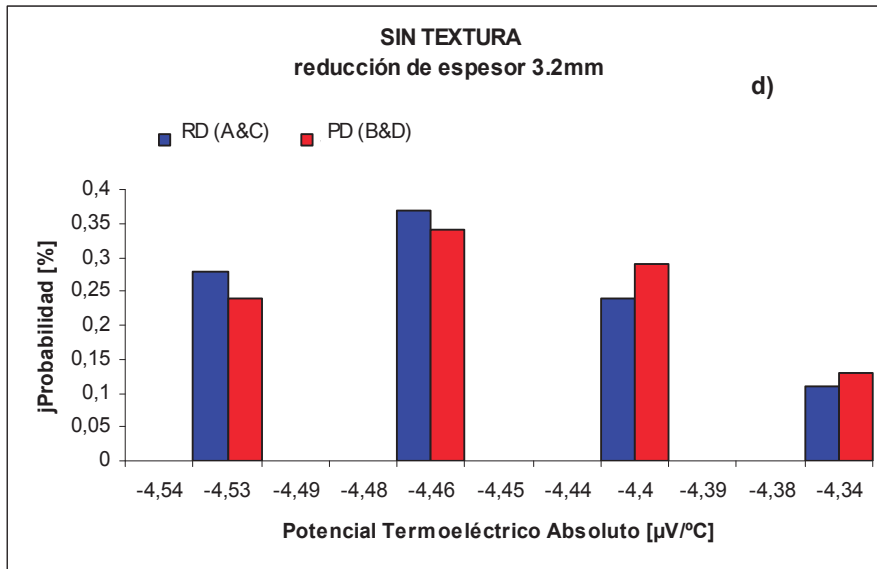
Apéndice B

5	109	109	-4,4688	-4,4688	55	108	108	-4,4050	-4,4050
6	110	109	-4,5326	-4,4688	56	109	108	-4,4688	-4,4050
7	110	109	-4,5326	-4,4688	57	109	110	-4,4688	-4,5326
8	109	110	-4,4688	-4,5326	58	107	110	-4,3412	-4,5326
9	107	110	-4,3412	-4,5326	59	110	109	-4,5326	-4,4688
10	109	108	-4,4688	-4,4050	60	108	110	-4,4050	-4,5326
11	109	109	-4,4688	-4,4688	61	109	110	-4,4688	-4,5326
12	107	110	-4,3412	-4,5326	62	110	107	-4,5326	-4,3412
13	110	110	-4,5326	-4,5326	63	108	108	-4,4050	-4,4050
14	107	107	-4,3412	-4,3412	64	110	108	-4,5326	-4,4050
15	108	108	-4,4050	-4,4050	65	107	108	-4,3412	-4,4050
16	108	110	-4,4050	-4,5326	66	108	108	-4,4050	-4,4050
17	108	109	-4,4050	-4,4688	67	110	109	-4,5326	-4,4688
18	109	109	-4,4688	-4,4688	68	108	109	-4,4050	-4,4688
19	109	108	-4,4688	-4,4050	69	108	109	-4,4050	-4,4688
20	110	108	-4,5326	-4,4050	70	108	109	-4,4050	-4,4688
21	110	109	-4,5326	-4,4688	71	109	110	-4,4688	-4,5326
22	110	109	-4,5326	-4,4688	72	108	108	-4,4050	-4,4050
23	110	108	-4,5326	-4,4050	73	109	107	-4,4688	-4,3412
24	109	110	-4,4688	-4,5326	74	110	110	-4,5326	-4,5326
25	109	108	-4,4688	-4,4050	75	110	109	-4,5326	-4,4688
26	110	108	-4,5326	-4,4050	76	108	110	-4,4050	-4,5326
27	109	107	-4,4688	-4,3412	77	109	107	-4,4688	-4,3412
28	109	107	-4,4688	-4,3412	78	108	109	-4,4050	-4,4688
29	110	107	-4,5326	-4,3412	79	109	109	-4,4688	-4,4688
30	109	110	-4,4688	-4,5326	80	108	109	-4,4050	-4,4688
31	109	108	-4,4688	-4,4050	81	108	108	-4,4050	-4,4050
32	109	108	-4,4688	-4,4050	82	110	109	-4,5326	-4,4688
33	109	107	-4,4688	-4,3412	83	108	109	-4,4050	-4,4688
34	110	110	-4,5326	-4,5326	84	110	109	-4,5326	-4,4688
35	110	108	-4,5326	-4,4050	85	109	107	-4,4688	-4,3412
36	108	109	-4,4050	-4,4688	86	107	108	-4,3412	-4,4050
37	110	108	-4,5326	-4,4050	87	109	110	-4,4688	-4,5326
38	109	109	-4,4688	-4,4688	88	109	109	-4,4688	-4,4688
39	108	110	-4,4050	-4,5326	89	109	110	-4,4688	-4,5326
40	107	110	-4,3412	-4,5326	90	109	109	-4,4688	-4,4688
41	109	109	-4,4688	-4,4688	91	108	107	-4,4050	-4,3412
42	108	108	-4,4050	-4,4050	92	110	108	-4,5326	-4,4050
43	110	109	-4,5326	-4,4688	93	109	110	-4,4688	-4,5326

44	110	108	-4,5326	-4,4050	94	110	109	-4,5326	-4,4688
45	109	109	-4,4688	-4,4688	95	107	110	-4,3412	-4,5326
46	109	107	-4,4688	-4,3412	96	110	107	-4,5326	-4,3412
47	110	108	-4,5326	-4,4050	97	108	110	-4,4050	-4,5326
48	110	108	-4,5326	-4,4050	98	108	110	-4,4050	-4,5326
49	109	109	-4,4688	-4,4688	99	110	109	-4,5326	-4,4688
50	108	108	-4,4050	-4,4050	100	109	107	-4,4688	-4,3412

Posteriormente se estableció un intervalo utilizando los límites superior e inferior de las mediciones calibradas. Con dicho intervalo se establecieron la clase y la frecuencia de las mediciones, las cuales sirvieron para la construcción del histograma como se muestra a continuación:

	RD	PD
<i>Clase</i>	<i>Frecuencia</i>	<i>Frecuencia</i>
-4,54	0	0
-4,53	0,28	0,24
-4,49	0	0
-4,48	0	0
-4,46	0,37	0,34
-4,45	0	0
-4,44	0	0
-4,4	0,24	0,29
-4,39	0	0
-4,38	0	0
-4,34	0,11	0,13



HISTOGRAMA PARA LA MUESTRA DE Ti-6AL-4V CON 3.2 mm DE ESPESOR ROLADA EN FRÍO Y POSTERIORMENTE RECOCIDA UTILIZANDO LA PUNTA DE CU

Inicialmente, las mediciones realizadas con la punta de cobre en la dirección de rolado y en la dirección perpendicular a la dirección de rolado, para este espécimen rolado en frío se calibran utilizando la ecuación de la línea recta correspondiente, que en este caso es:

$$y = -15,672x + 38,965$$

A continuación se muestran los datos ya a justados con dicha ecuación:

MEDICIÓN	DIRECCIÓN		RD	PD	MEDICIÓN	DIRECCIÓN		RD	PD
	RD	PD	CALIBRADA [µV/C]			RD	PD	CALIBRADA [µV/C]	
1	119	134	-5,2572	-6,2143	51	122	131	-5,4486	-6,0229
2	121	135	-5,3848	-6,2781	52	120	129	-5,3210	-5,8953
3	125	132	-5,6401	-6,0867	53	122	128	-5,4486	-5,8315
4	124	130	-5,5763	-5,9591	54	123	134	-5,5124	-6,2143
5	121	135	-5,3848	-6,2781	55	120	131	-5,3210	-6,0229
6	119	135	-5,2572	-6,2781	56	123	129	-5,5124	-5,8953
7	124	132	-5,5763	-6,0867	57	122	133	-5,4486	-6,1505
8	121	129	-5,3848	-5,8953	58	124	135	-5,5763	-6,2781

Apéndice B

9	123	134	-5,5124	-6,2143	59	122	133	-5,4486	-6,1505
10	121	129	-5,3848	-5,8953	60	121	131	-5,3848	-6,0229
11	122	129	-5,4486	-5,8953	61	121	131	-5,3848	-6,0229
12	119	129	-5,2572	-5,8953	62	123	133	-5,5124	-6,1505
13	124	135	-5,5763	-6,2781	63	125	134	-5,6401	-6,2143
14	119	134	-5,2572	-6,2143	64	118	135	-5,1934	-6,2781
15	123	129	-5,5124	-5,8953	65	120	134	-5,3210	-6,2143
16	121	136	-5,3848	-6,3419	66	123	131	-5,5124	-6,0229
17	122	133	-5,4486	-6,1505	67	122	135	-5,4486	-6,2781
18	124	133	-5,5763	-6,1505	68	124	133	-5,5763	-6,1505
19	125	132	-5,6401	-6,0867	69	123	130	-5,5124	-5,9591
20	122	131	-5,4486	-6,0229	70	119	132	-5,2572	-6,0867
21	120	133	-5,3210	-6,1505	71	120	132	-5,3210	-6,0867
22	121	130	-5,3848	-5,9591	72	122	128	-5,4486	-5,8315
23	125	132	-5,6401	-6,0867	73	123	129	-5,5124	-5,8953
24	119	136	-5,2572	-6,3419	74	124	132	-5,5763	-6,0867
25	123	132	-5,5124	-6,0867	75	124	133	-5,5763	-6,1505
26	122	134	-5,4486	-6,2143	76	125	131	-5,6401	-6,0229
27	124	135	-5,5763	-6,2781	77	119	135	-5,2572	-6,2781
28	124	132	-5,5763	-6,0867	78	123	131	-5,5124	-6,0229
29	123	128	-5,5124	-5,8315	79	125	134	-5,6401	-6,2143
30	119	135	-5,2572	-6,2781	80	123	132	-5,5124	-6,0867
31	120	131	-5,3210	-6,0229	81	119	132	-5,2572	-6,0867
32	124	134	-5,5763	-6,2143	82	123	128	-5,5124	-5,8315
33	122	135	-5,4486	-6,2781	83	122	134	-5,4486	-6,2143
34	122	134	-5,4486	-6,2143	84	123	135	-5,5124	-6,2781
35	121	136	-5,3848	-6,3419	85	123	130	-5,5124	-5,9591
36	120	134	-5,3210	-6,2143	86	125	131	-5,6401	-6,0229
37	124	130	-5,5763	-5,9591	87	124	129	-5,5763	-5,8953
38	122	136	-5,4486	-6,3419	88	123	131	-5,5124	-6,0229
39	119	135	-5,2572	-6,2781	89	124	130	-5,5763	-5,9591
40	119	132	-5,2572	-6,0867	90	124	133	-5,5763	-6,1505
41	119	131	-5,2572	-6,0229	91	125	132	-5,6401	-6,0867
42	124	134	-5,5763	-6,2143	92	121	129	-5,3848	-5,8953
43	122	129	-5,4486	-5,8953	93	122	131	-5,4486	-6,0229
44	121	129	-5,3848	-5,8953	94	125	129	-5,6401	-5,8953
45	123	134	-5,5124	-6,2143	95	123	131	-5,5124	-6,0229
46	123	131	-5,5124	-6,0229	96	121	130	-5,3848	-5,9591
47	124	130	-5,5763	-5,9591	97	120	128	-5,3210	-5,8315

48	125	130	-5,6401	-5,9591	98	123	129	-5,5124	-5,8953
49	123	131	-5,5124	-6,0229	99	118	129	-5,1934	-5,8953
50	118	132	-5,1934	-6,0867	100	121	131	-5,3848	-6,0229

Posteriormente se estableció un intervalo utilizando los límites superior e inferior de las mediciones calibradas. Con dicho intervalo se establecieron la clase y la frecuencia de las mediciones, las cuales sirvieron para la construcción del histograma como se muestra a continuación:

	RD	PD
<i>Clase</i>	<i>Frecuencia</i>	<i>Frecuencia</i>
-6,4	0	0
-6,3	0	0,04
-6,2	0	0,27
-6,1	0	0,09
-6	0	0,31
-5,9	0	0,09
-5,8	0	0
-5,7	0	0
-5,6	0,1	0
-5,5	0,38	0
-5,4	0,16	0
5,3	0,21	0
-5,2	0,12	0
-5,1	0,03	0
-5	0	0

Este procedimiento se repitió para el mismo espécimen pero ya recocido:

MEDICIÓN	DIRECCIÓN		RD	PD	MEDICIÓN	DIRECCIÓN		RD	PD
	RD	PD	CALIBRADA [$\mu\text{V/C}$]			RD	PD	CALIBRADA [$\mu\text{V/C}$]	
1	119	134	-5,2572	-6,2143	51	122	131	-5,4486	-6,0229
2	121	135	-5,3848	-6,2781	52	120	129	-5,3210	-5,8953
3	125	132	-5,6401	-6,0867	53	122	128	-5,4486	-5,8315
4	124	130	-5,5763	-5,9591	54	123	134	-5,5124	-6,2143
5	121	135	-5,3848	-6,2781	55	120	131	-5,3210	-6,0229
6	119	135	-5,2572	-6,2781	56	123	129	-5,5124	-5,8953

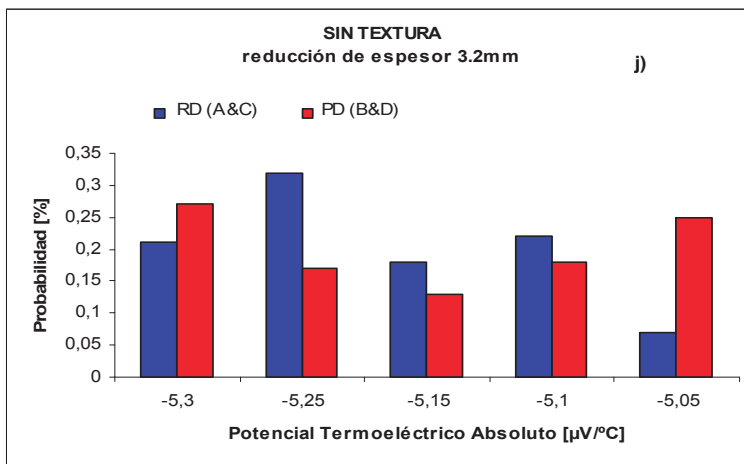
Apéndice B

7	124	132	-5,5763	-6,0867	57	122	133	-5,4486	-6,1505
8	121	129	-5,3848	-5,8953	58	124	135	-5,5763	-6,2781
9	123	134	-5,5124	-6,2143	59	122	133	-5,4486	-6,1505
10	121	129	-5,3848	-5,8953	60	121	131	-5,3848	-6,0229
11	122	129	-5,4486	-5,8953	61	121	131	-5,3848	-6,0229
12	119	129	-5,2572	-5,8953	62	123	133	-5,5124	-6,1505
13	124	135	-5,5763	-6,2781	63	125	134	-5,6401	-6,2143
14	119	134	-5,2572	-6,2143	64	118	135	-5,1934	-6,2781
15	123	129	-5,5124	-5,8953	65	120	134	-5,3210	-6,2143
16	121	136	-5,3848	-6,3419	66	123	131	-5,5124	-6,0229
17	122	133	-5,4486	-6,1505	67	122	135	-5,4486	-6,2781
18	124	133	-5,5763	-6,1505	68	124	133	-5,5763	-6,1505
19	125	132	-5,6401	-6,0867	69	123	130	-5,5124	-5,9591
20	122	131	-5,4486	-6,0229	70	119	132	-5,2572	-6,0867
21	120	133	-5,3210	-6,1505	71	120	132	-5,3210	-6,0867
22	121	130	-5,3848	-5,9591	72	122	128	-5,4486	-5,8315
23	125	132	-5,6401	-6,0867	73	123	129	-5,5124	-5,8953
24	119	136	-5,2572	-6,3419	74	124	132	-5,5763	-6,0867
25	123	132	-5,5124	-6,0867	75	124	133	-5,5763	-6,1505
26	122	134	-5,4486	-6,2143	76	125	131	-5,6401	-6,0229
27	124	135	-5,5763	-6,2781	77	119	135	-5,2572	-6,2781
28	124	132	-5,5763	-6,0867	78	123	131	-5,5124	-6,0229
29	123	128	-5,5124	-5,8315	79	125	134	-5,6401	-6,2143
30	119	135	-5,2572	-6,2781	80	123	132	-5,5124	-6,0867
31	120	131	-5,3210	-6,0229	81	119	132	-5,2572	-6,0867
32	124	134	-5,5763	-6,2143	82	123	128	-5,5124	-5,8315
33	122	135	-5,4486	-6,2781	83	122	134	-5,4486	-6,2143
34	122	134	-5,4486	-6,2143	84	123	135	-5,5124	-6,2781
35	121	136	-5,3848	-6,3419	85	123	130	-5,5124	-5,9591
36	120	134	-5,3210	-6,2143	86	125	131	-5,6401	-6,0229
37	124	130	-5,5763	-5,9591	87	124	129	-5,5763	-5,8953
38	122	136	-5,4486	-6,3419	88	123	131	-5,5124	-6,0229
39	119	135	-5,2572	-6,2781	89	124	130	-5,5763	-5,9591
40	119	132	-5,2572	-6,0867	90	124	133	-5,5763	-6,1505
41	119	131	-5,2572	-6,0229	91	125	132	-5,6401	-6,0867
42	124	134	-5,5763	-6,2143	92	121	129	-5,3848	-5,8953
43	122	129	-5,4486	-5,8953	93	122	131	-5,4486	-6,0229
44	121	129	-5,3848	-5,8953	94	125	129	-5,6401	-5,8953
45	123	134	-5,5124	-6,2143	95	123	131	-5,5124	-6,0229

46	123	131	-5,5124	-6,0229	96	121	130	-5,3848	-5,9591
47	124	130	-5,5763	-5,9591	97	120	128	-5,3210	-5,8315
48	125	130	-5,6401	-5,9591	98	123	129	-5,5124	-5,8953
49	123	131	-5,5124	-6,0229	99	118	129	-5,1934	-5,8953
50	118	132	-5,1934	-6,0867	100	121	131	-5,3848	-6,0229

Posteriormente se estableció un intervalo utilizando los límites superior e inferior de las mediciones calibradas. Con dicho intervalo se establecieron la clase y la frecuencia de las mediciones, las cuales sirvieron para la construcción del histograma como se muestra a continuación:

	RD	PD
<i>Clase</i>	<i>Frecuencia</i>	<i>Frecuencia</i>
-5,3	0,21	0,27
-5,25	0,32	0,17
-5,15	0,18	0,13
-5,1	0,22	0,18
-5,05	0,07	0,25



El resto de los histogramas se realizó siguiendo el mismo procedimiento.

PRUEBAS DE HIPÓTESIS

La estructura de la prueba de hipótesis se formulará con el uso del término hipótesis nula. Éste se refiere a cualquier hipótesis que deseamos probar y se denota con H_0 . El rechazo de H_0 conduce a la aceptación de una hipótesis alternativa, que se denota con H_1 .

Para comprobar esto se utilizará al espécimen rolado en frío con 6.4 mm de espesor, cuyas mediciones fueron realizadas con la punta de cobre.

Tenemos una H_0 en la que consideraremos que las medias entre la dirección de rolado y la dirección perpendicular son iguales, esto es $\mu_{RD} = \mu_{PD}$. Lo cual nos indicaría que no hay anisotropía del potencial termoeléctrico con respecto a la dirección.

Y una H_1 en la que consideraremos que estas medias son diferentes, esto es $\mu_{RD} \neq \mu_{PD}$. Lo cual nos indicaría que si existe diferencia del potencial termoeléctrico con respecto a la dirección.

Estas pruebas de hipótesis tienen una amplia relación con la estimación del intervalo de confianza; ya que la estimación del intervalo de confianza incluye el cálculo de límites para los que es “razonable” que el parámetro en cuestión se encuentre dentro de ellos.

Resulta que la prueba $H_0 : \mu_{RD} = \mu_{PD}$ contra $\mu_{RD} \neq \mu_{PD}$ a un nivel de significancia α es equivalente a calcular un intervalo de confianza de $100(1-\alpha)\%$ sobre μ y rechazar H_0 si μ_{PD} no está dentro del intervalo de confianza. Si μ_{PD} está dentro del intervalo de confianza, la hipótesis no se rechaza. La equivalencia es muy intuitiva y bastante simple de ilustrar. Recuerde que con un valor observado \bar{x} el fracaso a rechazar H_0 a un nivel de significancia α implica que

$$-z_{\alpha/2} \leq \frac{\bar{x} - \mu_0}{\sigma / \sqrt{n}} \leq z_{\alpha/2}$$

Que es equivalente a

$$\bar{x} - z_{\alpha/2} \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \leq \mu_0 \leq \bar{x} + z_{\alpha/2} \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

La equivalencia del intervalo de confianza a la prueba de hipótesis se extiende a las diferencias entre dos medias, varianza, razones de varianzas, etc. De esta manera no se puede considerar la estimación del intervalo de confianza y la prueba de hipótesis como formas separadas de la inferencia estadística.

A continuación se describe la forma en la que se realizó el cálculo del intervalo de confianza para el espécimen de 1.6mm de espesor rolado en frío cuyas mediciones del PTE se realizaron con la punta de Cobre.

El cálculo se realizó utilizando el Método propuesto por Walpole y Myers el cual consiste en estimar el intervalo de confianza de μ ; con σ conocida. De esta manera, si \bar{x} es la media de una muestra aleatoria de tamaño n de una población con varianza σ^2 , conocida, un intervalo de confianza de $(1-\alpha)100\%$ para μ está dado por

$$\bar{x} - z_{\alpha/2} \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \leq \mu_0 \leq \bar{x} + z_{\alpha/2} \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

Donde $z_{\alpha/2}$ es el valor z que deja un área de $\alpha/2$ a la derecha.

El siguiente paso es calcular, la media y la desviación estándar de los datos, los cuales tuvieron un valor de -5.1570 y 0.1089 respectivamente. Con estos datos, el valor de $z_{\alpha/2}$ obtenido de la tabla A.3 [Walpole, R.E.; Myers, H.R.; y Myers, S.L.;1999] y utilizando la fórmula anterior para el intervalo de confianza tenemos:

$$-4.8105 \leq -5.6081 \leq -6.2143$$

El cual coincide con el intervalo utilizado para la realización del histograma correspondiente.

A continuación se describe la forma en la que se realizó el cálculo del intervalo de confianza para el espécimen de 1.6 mm de espesor recocido cuyas mediciones del PTE se realizaron con la punta de Cobre.

Inicialmente se calculó la media y la desviación estándar de los datos, las cuales tuvieron un valor de -5.1847 y 0.071004 respectivamente. Con estos datos, el valor de $z_{\alpha/2}$ obtenido de la tabla A.3 [Walpole, R.E.; Myers, H.R.; y Myers, S.L.;1999] y utilizando la fórmula anterior para el intervalo de confianza tenemos:

$$-5.06579 \leq -5.1847 \leq -5.3210$$

El cual coincide con el intervalo utilizado para la realización del histograma correspondiente. Así, de acuerdo a la relación que existe entre la prueba de hipótesis y el intervalo de confianza podemos decir que se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alternativa la cual indica que si hay diferencia del potencial termoeléctrico con respecto a la dirección.

A continuación se muestran todos los intervalos de confianza obtenidos de manera similar para los tres especímenes de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm rolados en frío y recocidos cuyas mediciones del PTE se realizaron con la punta de cobre y con la punta de oro.

Para los especímenes rolados en frío cuyas mediciones se realizaron con la punta de Cu tenemos los siguientes intervalos de confianza:

ESPECIMEN	INTERVALO DE CONFIANZA
1.6 mm	$-4.8105 \leq -5.6081 \leq -6.2143$
3.2 mm	$-5.1934 \leq -5.7676 \leq -6.3419$
6.4 mm	$-4.8743 \leq -5.6426 \leq -6.4057$

Para los especímenes recocidos cuyas mediciones se realizaron con la punta de Cu tenemos los siguientes intervalos de confianza:

ESPECIMEN	INTERVALO DE CONFIANZA
1.6 mm	$-5.0657 \leq -5.1847 \leq -5.3210$
3.2 mm	$-5.0657 \leq -5.2064 \leq -5.3210$
6.4 mm	$-4.9381 \leq -5.1197 \leq -5.2572$

Para los especímenes rolados en frío cuyas mediciones se realizaron con la punta de Au tenemos los siguientes intervalos de confianza:

ESPECIMEN	INTERVALO DE CONFIANZA
1.6 mm	$-4.2135 \leq -4.8187 \leq -5.4897$
3.2 mm	$-4.2135 \leq -4.8044 \leq -5.3621$
6.4 mm	$-4.2135 \leq -4.8076 \leq -5.4259$

Para los especímenes recocidos cuyas mediciones se realizaron con la punta de Au tenemos los siguientes intervalos de confianza:

ESPECIMEN	INTERVALO DE CONFIANZA
1.6 mm	$-4.3411 \leq -4.4694 \leq -4.5326$
3.2 mm	$-4.3411 \leq 4.4531 \leq -4.5326$
6.4 mm	$-4.2135 \leq -4.3903 \leq -4.4687$