



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO**



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS

**“CARACTERIZACIÓN DE LA TEXTURA EN UNA ALEACIÓN
Ti-6Al-4V POR MEDIO DEL POTENCIAL TERMOELÉCTRICO”**

TESIS

Para obtener el título de:

MAESTRO EN METALÚRGIA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES

Presenta:

Ing. GILDARDO GUTIÉRREZ VARGAS

Asesor:

Dr. HÉCTOR GUILLERMO CARREÓN GARCIDUEÑAS

MORELIA, MICH., ENERO DE 2009

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Dios: por el don tan preciado de la vida, por cada día que me permite vivir con mi familia, disfrutando de su admirable creación, inspirándome a amar, trabajar, soñar, conocer nuevos amigos y cultivarme para ser cada día mejor, así como tener la dicha de terminar este proyecto.

A mis padres Gregoria Vargas Avalos y J. Concepción Gutiérrez Sánchez, por su amor, ejemplo, esfuerzo, apoyo y alientos, buenos consejos, así como a mis hermanos y hermanas, con quienes siempre conté, en todo momento y son muy importantes en el desarrollo de mis metas.

Al Instituto Investigaciones Metalúrgicas, por acogerme y permitirme forjarme en sus aulas y trabajar en tan prestigiada institución, donde pase maravillosos momentos adquiriendo el conocimiento necesario de cada uno de sus profesores heredándome con esto la gran riqueza del saber.

A mis amigos: El Ing. Roberto León, Ing. Emmanuel Mejía, Ing. Armando López, Ing. Roberto C., Ing. Remedios Cisneros, Ing. Francisco Solorio, por sus comentarios y sugerencias dadas, pero sobre todo por su amistad que me alentó para la culminación de este proyecto.

Al Dr. Héctor G. Carreón Garcidueñas, por haberme permitido realizar mi trabajo de tesis junto a Él y brindarme su apoyo, confianza, amistad, conocimientos y asesorarme para llevar a cabo esta investigación.

DEDICATORIAS

*A mis padres J. Concepción Gutiérrez Sánchez y
Gregoria Vargas Avalos instrumentos de Dios para
darme la vida y brindarme su amor y apoyo
durante toda la vida.*

*A mis hermanos y hermanas, Mario, Fco. Javier,
Eduardo, Cecilia, Elvia y Ma. de los Ángeles,
con quienes conté y me alentaron en todo momento.*

*A mis amigos por brindarme su amistad, consejos
y compartido momentos inolvidable durante mi*

Proyecto.

GGV.



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALURGICAS

Morelia, Mich., Noviembre 24 del 2008.

**C. ING. GILDARDO GUTIERREZ VARGAS
P R E S E N T E**

La dirección del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, hace de su conocimiento que le ha sido aprobada la tesis titulada:

**“CARACTERIZACION DE LA TEXTURA EN UNA ALEACION TI-6AL-4V
POR MEDIO DE POTENCIAL TERMOELECTRICO”**

A fin de obtener el Grado de Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales. Por tal razón se le autoriza a usted la *Impresión Definitiva* de la misma, en base al oficio recibido de la mesa sinodal para realizar su examen.

Sin otro particular por el momento, me es grato saludarle muy cordialmente.

Atentamente

DR. JOSE LEMUS RUIZ
DIRECTOR INSTITUTO
INST. DE INVESTIGACIONES METALURGICAS
INVESTIGACIONES
METALURGICAS

JLR/letg'



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALÚRGICAS

Morelia, Mich., Noviembre 14 del 2008.

C. ING. GILDARDO GUTIERREZ VARGAS
PRESENTE

Esta Dirección del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle a usted que se aprueba el desarrollo y tema de tesis titulado:

**"CARACTERIZACIÓN DE LA TEXTURA EN UNA ALEACIÓN Ti-6Al-4V
POR MEDIO DE POTENCIAL TERMOELECTRICO"**

Para presentar su examen de Grado de Maestría en Metalurgia y Ciencias de los Materiales.

La tesis se desarrollará de acuerdo al siguiente capítulo:

Índice General
Lista de figuras y Tablas
Resumen
Introducción
Justificación
Objetivos
Hipótesis
CAPÍTULO I. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA
CAPÍTULO II. PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTAL
CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN
CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES
Recomendaciones y Sugerencias para Trabajo Futuro
Referencias Bibliográficas
Anexos

Sin otro particular, me es grato saludarle muy cordialmente.

Atentamente

DR. JOSE LEMUS RUIZ
DIRECTOR
INST. DE INVEST. METALÚRGICAS

I I M
INVESTIGACIONES
METALÚRGICAS

JLR/leg'



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALÚRGICAS

Morelia, Mich., Noviembre 14 del 2008.

**C. ING. GILDARDO GUTIERREZ VARGAS
P R E S E N T E**

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Maestría en Metalurgia y Ciencias de los Materiales, con la tesis titulada "CARACTERIZACION DE LA TEXTURA EN UNA ALEACION TI-6AL-4V POR MEDIO DE POTENCIAL TERMOELECTRICO", le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

0300379-5	DR. H. GUILLERMO CARREON GARCIDUEÑAS	(Presidente)
0500269-9	DR. VICTOR HUGO LOPEZ MORELOS	(Vocal)
7600546-1	DRA. MA. EUGENIA CONTRERAS GARCIA	(Vocal)
0100306-2	DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE	(Vocal)
0400318-7	DR. RICARDO MORALES ESTRELLA	(Vocal)
9700394-8	DR. ALBERTO RUIZ MARINES	(Suplente)

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirvan prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.

A T E N T A M E N T E

DR. JOSE LEMUS RUIZ
DIRECTOR
INST. DE INVEST. METALÚRGICAS



JLR/letg'

ÍNDICE

LISTA DE FIGURAS.....	iii
LISTA DE TABLAS.....	v
RESUMEN.....	vi
INTRODUCCIÓN.....	vii
JUSTIFICACIÓN.....	ix
OBJETIVOS.....	x
HIPÓTESIS.....	xi
1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	1
1.1. El titanio y sus aleaciones.....	1
1.1.1. Metalurgia física del titanio y sus aleaciones.....	3
1.2. Clasificación de las aleaciones de titanio.....	4
1.2.1. Aleaciones alfa.....	6
1.2.2. Aleaciones cercanas a alfa.....	6
1.2.3. Aleaciones alfa/beta ($\alpha + \beta$).....	7
1.2.4. Aleaciones beta, cercanas a beta y beta metaestables.....	7
1.2.5. Ti-6Al-4V.....	9
1.2.6. Diagrama de fases.....	9
1.3. Comportamiento mecánico del titanio y sus aleaciones.....	11
1.3.1. Modos de deslizamiento en metales HCP.....	13
1.3.2. Trabajado en frío.....	15
1.4. Tratamientos térmicos.....	16
1.4.1. Proceso de recocido o de eliminación del trabajo en frío.....	17
1.4.2. Etapas del recocido.....	17
1.5. Textura.....	21
1.5.1. Textura en el laminado en frío.....	25
1.6. Termoelectricidad.....	26
1.6.1. Potencial termoeléctrico (PTE).....	28
1.6.2. Efecto Seebeck.....	30
1.6.3. Fenómeno de difusión de electrones.....	33
1.7. Fenómeno anisotrópico.....	33
1.8. Anisotropía en la velocidad acústica.....	36
1.8.1. Fenómeno de birrefringencia.....	38
1.9. Análisis metalográfico.....	39

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	41
2.1. Material.....	41
2.1.1. Determinación de la dirección de laminación.....	41
2.2. Tratamiento térmico.....	43
2.3. Potencial termoeléctrico.....	44
2.3.1. Calibración del equipo para la punta de cobre.....	45
2.3.2. Procedimiento de calibración para las mediciones realizadas con la punta de oro (Au).....	50
2.4. Velocidad ultrasónica.....	51
2.5. Microscopia óptica.....	53
2.6. Figuras de polo.....	57
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	60
3.1. Introducción.....	60
3.2. Potencial termoeléctrico.....	60
3.2.1. Resultados obtenidos con la punta de Au.....	61
3.2.2. Resultados obtenidos con la punta de Cu.....	64
3.2.3. Diferencia relativa del PTE en la punta de Au y Cu.....	67
3.3. Velocidad ultrasónica.....	69
3.4. Microscopia óptica.....	71
3.5. Figuras de polo.....	75
4. CONCLUSIONES.....	78
RECOMENDACIONES y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS.....	80
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	81
ANEXOS.....	84

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1	Producción comercial del titanio.....	3
Figura 1.2	Diagrama esquemático de fase pseudo binario.....	11
Figura 1.3	Diagrama de transformación tiempo vs temperatura....	11
Figura 1.4	Planos prismático, basal y piramidal en estructuras hexagonales.....	13
Figura 1.5	Sistemas de deslizamiento en el titanio alfa.....	14
Figura 1.6	Representación esquemática de la formación de metales durante el proceso de laminado.....	16
Figura 1.7	Formación de figuras de polo.....	23
Figura 1.8	Texturas de laminas en materiales HCP como una función de relaciones c/a (esquemáticamente).....	24
Figura 1.9	Textura ideal del componente laminado en frío para el titanio laminado en frío $\{2115\}\langle 1010 \rangle$	24
Figura 1.10	Texturas típicas.....	25
Figura 1.11	Diagrama esquemático de las mediciones termoeléctricas más comúnmente usadas en la caracterización no destructiva de materiales.....	28
Figura 1.12	Efecto Seebeck. Un gradiente de temperatura en un conductor origina una diferencia de potencial.....	31
Figura 1.13	Elemento diferencial.....	32
Figura 1.14	Voltaje termoeléctrico producido por un termopar recocido hecho con hilos de cobre puro tensados en frío (La punta fría se mantuvo a $T_c = -269\text{ }^\circ\text{C}$).....	34
Figura 1.15	Anisotropía en materiales HCP.....	35
Figura 1.16	Dependencia de la orientación con el potencial termoeléctrico en Ti-6Al-4V laminado en frío.....	36
Figura 1.17	Configuración geométrica para la medición de la birrefringencia por medio de la velocidad de corte.....	36
Figura 1.18	Tren de ecos recibidos por la pared posterior del espécimen.....	37
Figura 1.19	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.....	39
Figura 1.20	Micrografías de lamina de titanio Ti-6Al-4V.....	40
Figura 1.21	Micrografías de titanio Ti-6Al-4V recocido.....	40
Figura 2.1	Láminas utilizadas en la experimentación de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm de espesor respectivamente.....	41
Figura 2.2	Polarizaciones de la onda de corte en la birrefringencia, para obtener la dirección de laminado.....	42
Figura 2.3.	Diagrama de tiempo-temperatura del tratamiento térmico de recocido.....	43
Figura 2.4	Arreglo geométrico del espécimen.....	44
Figura 2.5	ThermoSorter (Walker Scientific, Inc.) y forma en la que se realiza la medición.....	45
Figura 2.6	Coefficientes Seebeck absolutos en función de la temperatura, para distintos materiales usados comúnmente en la construcción de termopares.....	46

Figura 2.7	Curva de calibración para la punta de cobre.....	49
Figura 2.8	Curva de calibración para la punta de oro.....	50
Figura 2.9	Diagrama esquemático de la medición de los tiempos de viaje de las ondas de corte ultrasónicas, para el análisis de textura.....	51
Figura 2.10	Equipo empleado en las mediciones ultrasónicas, osciloscopio, pulsador/receptor y transductor de corte	51
Figura 2.11	Transductor de corte con retardo.....	52
Figura 2.12	Rectificadora FANANHER semiautomática.....	53
Figura 2.13	Procedimiento de pulido.....	55
Figura 2.14	Microscopio óptico de banco NIKON EIPHOT 300.....	56
Figura 2.15	Montaje experimental para el trazado de figuras de polos.....	58
Figura 2.16	Figura de polos (0001) para la aleación Ti-6Al-4V tratada térmicamente.....	58
Figura 2.17	Proyección estereográfica para la formación de figuras de polos.....	59
Figura 3.1	Arreglo geométrico del espécimen y del sistema cartesiano de coordenadas para las mediciones del PTE.....	61
Figura 3.2	Evaluación termoeléctrica de la textura usando la punta de Au en especímenes de Ti-6Al-4V de 1.6, 3.2 y 6.4 mm de espesor.....	63
Figura 3.3	Evaluación termoeléctrica de la textura usando la punta de Cu en especímenes de Ti-6Al-4V de 1.6, 3.2 y 6.4 mm de espesor.....	66
Figura 3.4	Diferencia relativa en las mediciones del PTE en los especímenes de Ti-6Al-4V con diferentes grados de deformación, en laminado en frío (con textura) y después del tratamiento térmico de recocido (sin textura)	67
Figura 3.5	Mediciones de la onda de corte debido al fenómeno de birrefringencia en la dirección de laminado de los especímenes.....	70
Figura 3.6	Micrografías del Ti-6Al-4V laminados en frío y recocido, con 40, 60 y 80% de reducción de espesor, en la dirección normal (DN) a la dirección de laminación de los especímenes a 500x.....	72
Figura 3.7	Micrografías del Ti-6Al-4V laminados en frío y recocido, con 40, 60 y 80% de reducción de espesor, en la dirección transversal (DT) a la dirección de laminación de los especímenes a 500x.....	73
Figura 3.8	Figura de polo (0002) del espécimen laminado en frío con un 80% de reducción de espesor.....	76
Figura 3.9	Figura de polo (0002) del espécimen laminado en frío y con el tratamiento térmico de recocido, con un 80% de reducción de espesor.....	77

LISTA DE TABLAS

Tabla 1.1	Propiedades del titanio.....	2
Tabla 1.2	Grados del titanio y sus aleaciones comerciales y semicomerciales.....	5
Tabla 1.3	Tratamientos de recocido recomendados para el titanio y sus aleaciones.....	20
Tabla 2.1	Composición química de la aleación Ti-6Al-4V.....	41
Tabla 2.2	Mediciones de los coeficientes Seebeck para los especímenes con la punta de Cu.....	47
Tabla 2.3	Mediciones realizadas a los especímenes de referencia con la punta de Cu.....	47
Tabla 2.4	Valores utilizados para la regresión lineal.....	47
Tabla 2.5	Valores utilizados para la regresión lineal en la modalidad de baja sensibilidad.....	48
Tabla 2.6	Resumen de mediciones obtenidas para la calibración con la punta de Cu.....	49
Tabla 2.7	Resumen de mediciones obtenidas para la calibración con la punta de Au.....	50
Tabla 2.8	Granulometría de las lijas utilizadas.....	54
Tabla 2.9	Materiales para el pulido.....	55
Tabla 2.10	Reactivos empleados.....	56
Tabla 3.1	PTE de los especímenes de Ti-6Al-4V con diferentes espesores medidos con la punta de Au.....	62
Tabla 3.2	Resumen de las mediciones del potencial termoeléctrico para los especímenes medidos con la punta de Cu laminados en frío y recocidos.....	65
Tabla 3.3	Valores de textura obtenidos de la fórmula para especímenes laminados en frío.....	68
Tabla 3.4	Valores de textura obtenidos de la fórmula para especímenes recocidos.....	68
Tabla 3.5	Tiempos de propagación de onda para especímenes laminados en frío y recocidos.....	69
Tabla 3.6	Diferencia relativa de tiempos de propagación en los especímenes laminados y recocidos.....	70

RESUMEN

En este trabajo se reportan los datos experimentales de la sensibilidad intrínseca de la técnica de contacto termoeléctrico basada en el efecto Seebeck, para detectar la presencia de textura de deformación en especímenes de Ti-6Al-4V laminados en frío y recocidos. Los especímenes empleados fueron laminas trabajadas en frío con tres diferentes grados de reducción en espesor 80%, 60% y 40% (1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm respectivamente).

Los especímenes laminados en frío fueron recocidos a 760 °C por 2 horas. Se realizaron mediciones del potencial termoeléctrico (PTE), de los tiempos de propagación de las ondas ultrasónicas de corte y se obtuvieron las microestructuras del material para su caracterización. Estableciéndose una correlación directa entre la presencia y disminución de la textura, con las mediciones del PTE y los tiempos de viaje de las ondas ultrasónicas, así como, con los cambios en microestructura y además con las figuras de polo, antes y después del recocido.

Los resultados del PTE muestran que en general los especímenes recocidos presentan menor anisotropía (reducción de la textura) comparados con los resultados obtenidos para los especímenes laminados en frío, lo cual indica que existe una propagación similar de la electricidad y el calor en las direcciones normal y transversal al laminado. Este efecto, es interesante sobre todo si se aplica al diseño de equipos industriales específicos.

INTRODUCCIÓN

El titanio fue descubierto en 1791, pero fue hasta finales de 1940 que se comenzó a mostrar un interés acelerado por el titanio y sus aleaciones como materiales estructurales. Debido a su resistencia a altas temperaturas, por su alto cociente de resistencia/densidad y por presentar resistencia a la corrosión, por lo que el titanio ha llegado a ser utilizado para diversos e importantes propósitos, como sus aplicaciones en aeronáutica [1,2]. 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, se 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 de deformación que conducen a una anisotropía plástica pronunciada de los especímenes policristalinos [3,4]. Existen varios factores que pueden causar la anisotropía en los metales, entre ellos están: la morfología de grano [5], la precipitación de una segunda fase [6,7], los elementos de aleación sustitucionales [8]. Como consecuencia, la textura de deformación puede variar con pequeños cambios de la composición del material [4].

Crosby y colaboradores [7] y Fjeldly y Roven [9] concuerdan en que las texturas cristalográficas son resultado de un proceso termomecánico, como el laminado en frío o el laminado en caliente, los cuales son directamente responsables de la anisotropía en las aleaciones de metales.

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 para caracterizar la textura.

Para ello, se midió el potencial termoeléctrico absoluto en los especímenes laminados 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 gran disminución de la textura. Comparando los resultados obtenidos con las evoluciones microestructurales (textura) por medio de microscopía óptica, ultrasonido (birrefringencia) y rayos X en mediciones de figuras de polo.

Así pues, esta técnica termoeléctrica de contacto nos permite caracterizar de manera no costosa y sencilla, una aleación que tiene muchas aplicaciones importantes en la industria aeroespacial, energética, de procesos químicos y en la industria aeronáutica [10].

JUSTIFICACIÓN

La aleación de titanio Ti-6Al-4V es la aleación de titanio bifásica ($\alpha + \beta$) más utilizada en la industria aeroespacial y naval como componentes estructurales debido a sus excelentes propiedades, las cuales dependen principalmente de la composición química, del proceso de fabricación y del tratamiento térmico, ya que se pueden variar las composiciones de las fases, en el tamaño y la distribución, modificando significativamente sus propiedades mecánicas y eléctricas debido a la presencia de orientación cristalográfica preferencial en ciertas direcciones (textura) en el material, generando una anisotropía de las propiedades (las propiedades del material varían dependiendo de la orientación en que son medidas). Esta anisotropía de las propiedades está relacionada al potencial termoeléctrico del material, el cual puede ser medido para detectar la presencia de textura en el material y utilizarlo de acuerdo a las propiedades en cierta dirección.

Por medio de técnicas no destructivas, como lo son: la técnica termoeléctrica de contacto y el ultrasonido, se plantea la posibilidad de que el potencial termoeléctrico y el tiempo de propagación de las ondas de corte, sean capaces de detectar cambios microestructurales en los especímenes, debidos a la presencia de textura generada por la deformación plástica del material laminado en frío y su desaparición al aplicar un tratamiento térmico de recocido. Esto, de una manera económica, rápida y sobre todo, sin dañar el material de inspección, lo que ocurre con técnicas destructivas.

OBJETIVOS

- Determinar el potencial termoeléctrico asociado a la textura de la aleación de titanio Ti-6Al-4V con diferentes grados de deformación plástica por laminado en frío y con un recocido.
- Determinar los tiempos de propagación de las ondas ultrasónicas de corte asociadas a la textura en la aleación de titanio por medio de ultrasonido (birrefringencia).
- Establecer la relación entre el potencial termoeléctrico, la propagación de las ondas ultrasónicas de corte y la microestructura con respecto a la textura de la aleación de titanio.
- Corroborar la existencia y eliminación de la textura en la aleación de titanio por medio de figuras de polo.

HIPÓTESIS

La deformación plástica de un material con estructura hexagonal (titanio) por un proceso de fabricación, como lo es el laminado en frío origina una textura de deformación, produciendo un material con granos alargados y comportamiento anisotrópico, esta textura afecta la conductividad eléctrica y térmica del material (potencial termoeléctrico), así como, la propagación de las ondas ultrasónicas de corte por la anisotropía (birrefringencia). El tratamiento térmico de recocido en la recristalización primaria (granos equiaxiales) elimina la textura del material.

Por lo que se realizaran mediciones del potencial termoeléctrico, de los tiempos de propagación de las ondas ultrasónicas de corte y la obtención de la microestructura antes y después del recocido para determinar la presencia y eliminación de la textura, así como su comprobación por medio de figuras de polo.

CAPITULO 1

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

1.1. 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: rutilo, ilmenita y leucóxeno. El titanio fue descubierto como rutilo (TiO_2) por W. Gregor en 1791 y por M. H. Klaproth en 1795 [1], que llamó al metal Titán relacionándolo con el Dios de la mitología griega [11-13]. El primer proceso de extracción del titanio de su mineral fue desarrollado por W.J. Kroll [15]. A finales de 1940 y a principios de 1950 se incrementó el interés por el titanio y sus aleaciones como materiales estructurales, así como por la resistencia a altas temperaturas, por su alta relación de resistencia/densidad (el titanio tiene un módulo de elasticidad de 116 Gpa y es 40% más ligero que el acero y 60% más pesado que el aluminio) y por ser materiales resistentes a la corrosión, por todas estas características; el titanio y sus aleaciones tienen aplicaciones en aeronáutica [1,2]. Debido a este conjunto de propiedades (ver Tabla 1.1), actualmente, el titanio y sus aleaciones son ampliamente usadas 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, uniones 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.

Además, de este material la aleación Ti-6Al-4V es ampliamente usada 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 destilación fraccionarias debido a la gran resistencia a la corrosión que tiene esta aleación.

Tabla 1.1 Propiedades del titanio

Número atómico	22
Peso atómico	47.88 g/mol
Volumen atómico	10.6 Å ³
Radio covalente	1.32 Å
Módulo de elasticidad	116 Gpa
Punto de fusión	1670° ± 5° C
Punto de ebullición	3260° C
Estructura cristalina	Fase α (HCP) para T < 882° C Fase β (BCC) para T > 882° C
Parámetros de red cristalina	Fase α: a = 0.295 nm y c = 0.468 nm Fase β: a = 0.332 nm (a 900° C)
Temperatura de transición α-β	882° ± 2° C
Densidad	Fase α (20° C): 4.51 g/cm ³ Fase β (885° C): 4.35 g/cm ³

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 1.1) empieza con la extracción [15], la cual involucra el tratamiento del mineral (leucóxeno, rutilo o ilmenita) con gas cloro para producir tetracloruro de titanio, que 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 en 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.

1.1.1. Metalurgia física del titanio y sus aleaciones

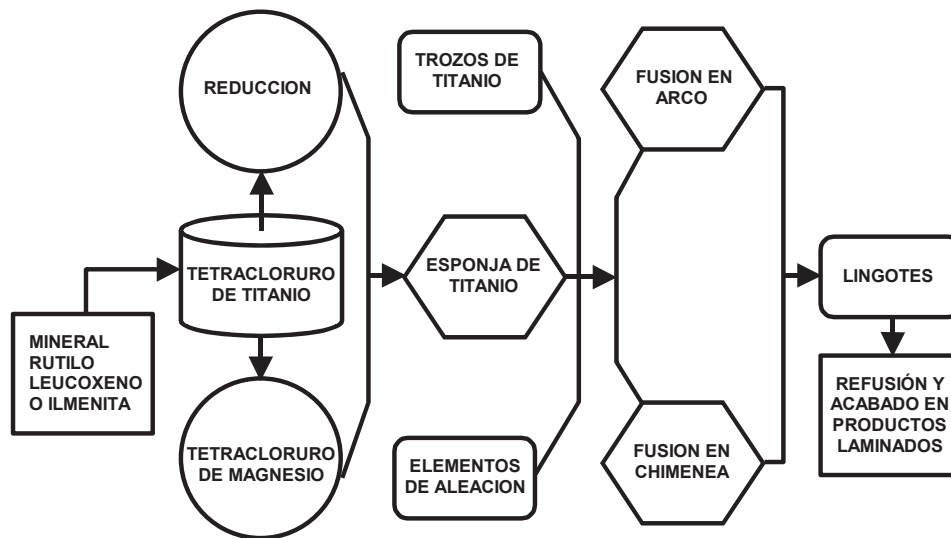


Figura 1.1 Producción comercial del titanio. [15]

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, cuando la temperatura aumenta hasta 882.5 °C, el titanio puro experimenta una transformación alotrópica de la *fase alfa* (HCP) a una de estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (BCC), llamada *fase beta*. La temperatura a la cual ocurre esta transformación es conocida como transición beta y es definida como la temperatura de equilibrio más baja a la cual el material es 100% fase beta (BCC) [16].

La adición de un elemento de aleación al titanio puro puede provocar que la temperatura de transformación aumente, disminuya o bien que permanezca sin afectar. Estos elementos de aleación son conocidos como estabilizadores alfa o beta.

El grupo de elementos de aleación que favorecen la fase α y la estabilizan aumentando la temperatura de transición beta estos incluyen 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 de transición beta. Estos elementos se clasifican en dos grupos: los isomorfos y los eutéctoides β . El primer grupo está formado por elementos que son miscibles en la fase β como: molibdeno, vanadio, tantalio y niobio. El segundo grupo está formado por aquellos elementos que forman sistemas eutéctoides con el titanio, con temperaturas eutéctoides tan bajas como 550 °C, entre ellos están: el manganeso, hierro, cromo, cobalto, níquel, cobre y silicio.

1.2. 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 de aleación, 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 está 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 1.2, presenta un gran número de aleaciones comercialmente disponibles, ordenadas de acuerdo a su clasificación en alfa, cercana a alfa, “alfa + beta” y beta [17].

Tabla 1.2 Grados del titanio y sus aleaciones comerciales y semicomerciales. [17]

Designación	Esfuerzos de tensión		0.2% resistencia de producción		Límites de impureza, %peso							Composición nominal, %peso					
	(min)		(min)		Ksi	Mpa	N	C	H	Fe	O	Al	Sn	Zr	Mo	Otros	
	MPa	Ksi	(máx.)	(máx.)													(máx.)
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	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	1.0	0.25Si	...	
Ti-5Al-5Sn-2Zr-2Mo(a)	900	130	830	120	0.03	0.05	0.0125	0.15	0.13	5	5	2	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	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	4.0	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	2.0	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	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 estirada en frío para incrementar la resistencia. (De, Metals Handbook, 9ª Ed. Vol. 3. American Society for Metals, Metals Park. OH. 1980. p. 357)

1.2.1. Aleaciones alfa

Este grupo consiste de ambos, titanio puro (o no aleado) y aquellas aleaciones que contienen elementos estabilizadores de α , tales como Al, Ga y Sn, ya sea que se encuentren solos o combinados. Como ya se mencionó con anterioridad, a temperaturas ordinarias estos son materiales con estructura HCP [16].

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 que estos materiales soporten esfuerzos sorprendentemente considerables. Estas aleaciones también se caracterizan por una buena ductilidad a temperaturas muy bajas, resistencia a esfuerzo considerable, buena resistencia y son fáciles de soldar [18]. 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 resistencia a la tensión, siendo el alto contenido de oxígeno presente en la estructura el que está asociado a su limitada deformación [19].

1.2.2. 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 las aleaciones alfa. Usualmente, las aleaciones cercanas a alfa son forjadas y tratadas térmicamente 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 son el Timetal 1100, y Timetal 834. El Timetal 1100 es procesado por forja justo por debajo de la transición β y la microestructura resultante exhibe una mezcla de granos alfa elongados y equiaxiados, la cual provee un buen balance y un valor bajo de resistencia a la fatiga [19].

1.2.3. 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 soportar 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 de estabilizadores beta. Estas aleaciones también pueden mejorar su resistencia con un tratamiento de solución sólida para aumentar su 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 estabilizador beta aumenta la dureza.

1.2.4. 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 aleaciones beta de titanio. Una aleación cercana a beta, es generalmente, aquella que tiene un contenido apreciablemente alto de estabilizadores beta en comparación con una aleación convencional alfa-beta, tal como Ti-6Al-4V, pero no contiene suficiente estabilizador para retener una estructura completamente beta con un enfriamiento en aire de las secciones delgadas. Para tales aleaciones, un enfriamiento rápido 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 la temperatura de transición β para obtener la fase alfa primaria, lo cual a su vez resulta en un enriquecimiento de la fase beta más estable.

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 beta con estabilizadores beta y, como tales, rápidamente retienen una estructura completamente beta con enfriamientos por aire de las secciones delgadas. Debido a la estabilidad de estas aleaciones, no es necesario un tratamiento térmico por debajo de la transición β para enriquecer la fase beta. Por lo tanto, estas aleaciones normalmente no contienen alfa primaria ya que estas son usualmente tratadas en solución sólida sobre la transición β .

Estas aleaciones son conocidas como “metaestables” que por la fase beta resultante 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. Hay una categoría adicional obvia de las aleaciones beta: las aleaciones beta estables. Estas aleaciones son también fuertemente aleadas con estabilizadores beta, tanto que la fase beta no se descompondrá en alfa más beta con un envejecimiento subsiguiente. 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, posteriormente, pueden ser endurecidas por 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.

1.2.5. 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 está constituida principalmente por fase α (HCP) con algo de fase beta retenida (BCC). El límite elástico mínimo varía desde 760 a 895 MPa, dependiendo del proceso, tratamiento térmico y composición química (cantidad de oxígeno) del material.

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 mejoradas 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 del contenido de los elementos de aleación. La fase β contiene pequeñas concentraciones de estos elementos (especialmente oxígeno) que promueve el envejecimiento por la formación de partículas Ti_3Al .

1.2.6. 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 de transformación tiempo vs temperatura y un diagrama esquemático de fase pseudo binario se muestran en las Figuras 1.2 y 1.3, respectivamente [20].

Cuando las aleaciones de titanio son tratadas térmicamente por arriba de la transición β (temperatura específica que es función de la química de la aleación, para el Ti-6Al-4V es de 1000 °C), está presente únicamente la fase β . Enfriando posteriormente 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 en 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 laminas a un ordenamiento cestotejido con un incremento de la velocidad de enfriamiento. Además, la estructura laminar 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 subsiguiente 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 subsiguiente y se precipita fase α . El envejecimiento produce un incremento de la resistencia, mientras que la ductilidad disminuye.

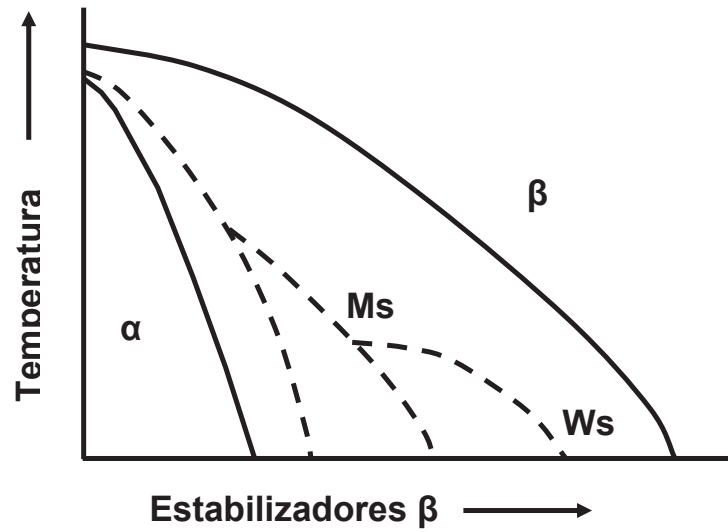


Figura 1.2 Diagrama de transformación tiempo vs temperatura. [20]

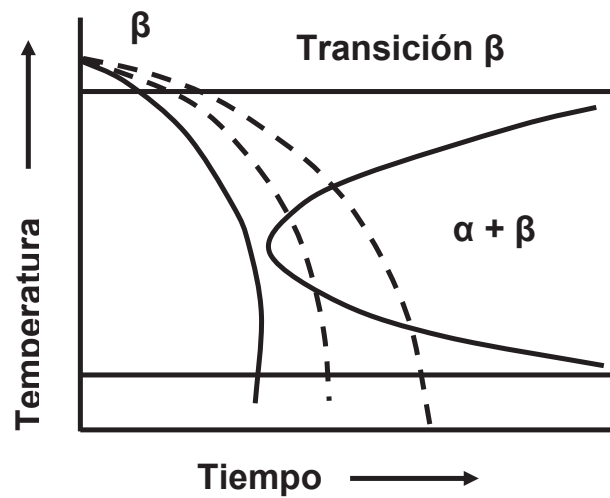


Figura 1.3 Diagrama esquemático de fase pseudo binario. [20].

1.3. Comportamiento mecánico del titanio y sus aleaciones

Los metales con estructura hexagonal compacta (HCP) presentan un pequeño número de sistemas de fácil deslizamiento, una distribución asimétrica y estrictas relaciones de orientación cristalográfica, lo que resulta en la formación de una marcada textura de deformación. El mecanismo de la deformación junto con la textura son responsables de la pronunciada anisotropía de las propiedades mecánicas.

En el titanio alfa (HCP), el deslizamiento ocurre más frecuentemente en los planos de deslizamiento basal $\{0001\}$, prismático $\{10\bar{1}0\}$, y piramidal $\{10\bar{1}1\}$ (Figura 1.4). De hecho los planos de deslizamiento dominantes dependen de la relación de los parámetros c/a , así como de la composición química 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 interplanar. 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, es decir, el titanio comercialmente puro (CP), 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 número de sistemas de deslizamiento capaces de ser activados, el deslizamiento posterior es adaptado de cualquier modo por un deslizamiento piramidal $\langle c+a \rangle$ o un maclado a tracción/compresión.

Un límite de macla es un plano a través del cual hay una desorientación especial de imagen estudiada de la estructura cristalina. Las maclas pueden producirse cuando una fuerza cortante, que actúa a lo largo del límite de maclado, 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 a la orientación del resto de la red sin maclado es conocido como plano maclado. En el titanio, el plano de maclado más común es el $(10\bar{1}2)$ y la dirección del maclado es $[\bar{1}011]$, [21].

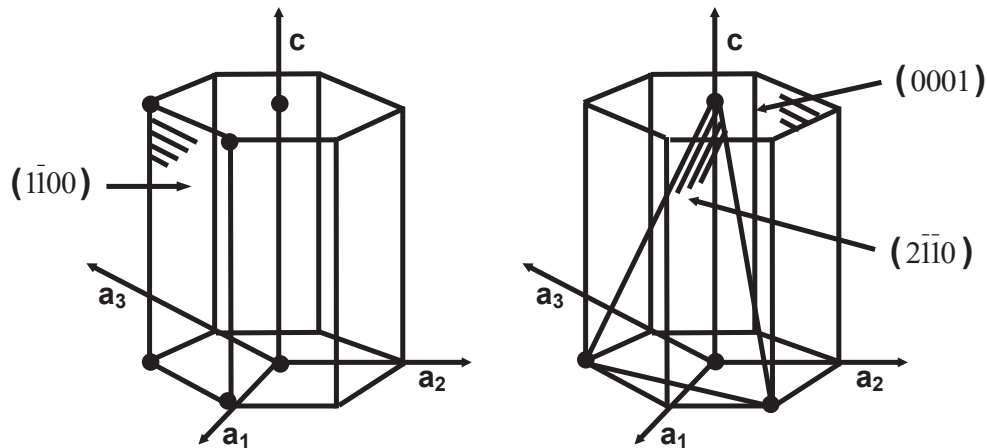


Figura 1.4 Planos prismático, basal y piramidal en estructuras hexagonales. [22]

1.3.1. Modos de deslizamiento en metales HCP

Los sistemas de deslizamiento primarios operativos en metales HCP con relación c/a menor al ideal 1.633, son en los planos prismáticos $\{10\bar{1}0\}$ en las 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. En los metales con estructura HCP las modalidades de deslizamiento basal y prismática más comunes tienen sólo 2 o 3 sistemas de deslizamiento respectivamente [23], comparados con materiales con estructura 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 resistencia a la fatiga [24 y 25]. La Figura 1.5 muestra los sistemas de deslizamiento primario y secundario para el titanio.

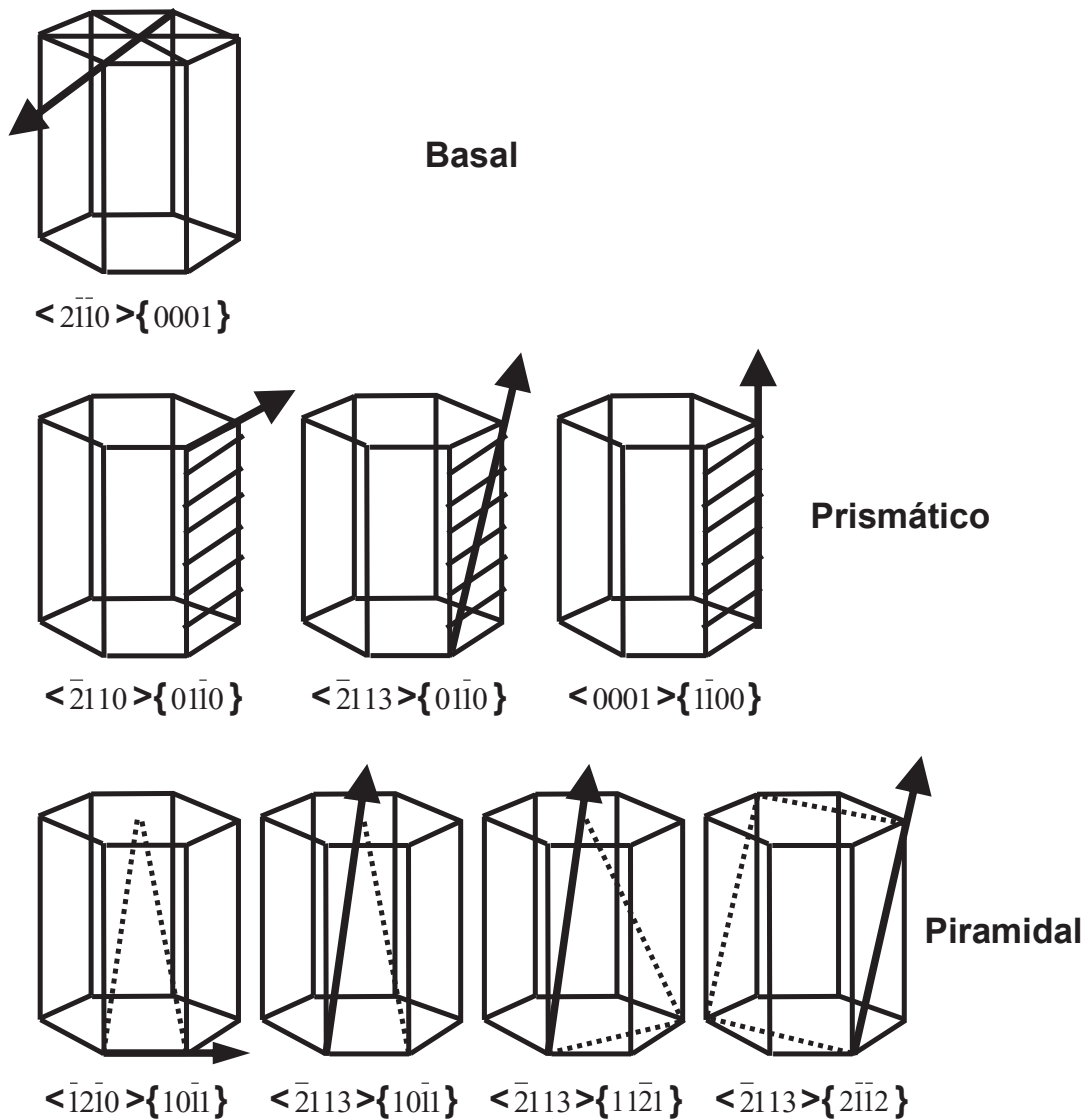


Figura 1.5 Sistemas de deslizamiento en el titanio alfa. [15]

A temperatura ambiente, como consecuencia del laminado 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 maclas [26-28].

1.3.2. 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 laminado, y de esta manera afecta las propiedades del material.

El laminado, es uno de los procesos 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 laminado, como resultado, las direcciones cristalográficas se alinean en la dirección principal del laminado. Esta alineación cristalográfica, conocida como *textura*, resulta 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 del laminado [29].

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 laminado en caliente, mientras que cuando el laminado se lleva a cabo por debajo de esta temperatura se llama laminado en frío. En la Figura 1.6, se muestra como la orientación preferencial se desarrolla a través de los efectos de las operaciones de laminado en los granos del material colado sin procesar y también muestra la diferencia en la microestructura que puede ser producida por el laminado del metal y que depende de varios factores tales como condiciones del laminado, la cantidad de la reducción, la composición química del material, etc. Además, es bien conocido que las condiciones del laminado son altamente significativas para la textura y las propiedades dependientes de la textura.

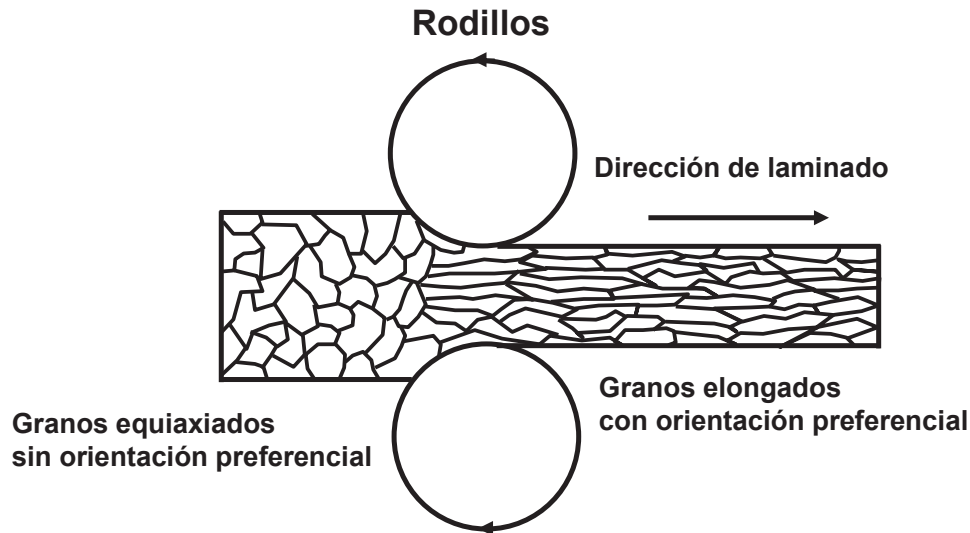


Figura 1.6 Representación esquemática de la formación de metales durante el proceso de laminado.

El laminado 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. Esta no homogeneidad del material puede ocultar o reducir dramáticamente la detección y caracterización de imperfecciones en el material [30].

1.4. Tratamientos térmicos

La respuesta del titanio y aleaciones de titanio al tratamiento térmico depende de la composición del metal. Las composiciones de fase, tamaño y distribuciones pueden ser manipuladas por el tratamiento térmico dentro de ciertos límites para reforzar una propiedad específica o para lograr un rango de niveles de resistencia. No todos los ciclos de tratamiento térmico son aplicables a todas las aleaciones de titanio, porque varias aleaciones se diseñan para propósitos específicos.

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 ó 3) mejorar la maquinabilidad [31].

1.4.1. Proceso de recocido 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 y la recristalización de la estructura, obteniendo la isotropía de las propiedades.

1.4.2. 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 o 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 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 enmarañadas. 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 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 anulan 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, manteniendo la resistencia y permitiendo 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 nuclea nuevos y pequeños granos en los límites de celda de la estructura poligonizada y se eliminan 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.

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. Temperatura de recristalización. Esta 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. Tamaño de grano. Un menor tamaño de grano original del 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. Tiempo de recocido. 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. [31]

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. Los tratamientos de recocido recomendados para varias aleaciones se dan en la Tabla 1.3.

Tabla 1.3 Tratamientos de recocido recomendados para el titanio y sus aleaciones. [32]

Aleación	Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Método de enfriamiento
Ti comercialmente puro (todos los grados)	650 a 760	1/10 a 2	Aire
Aleaciones de titanio alfa o cerca de alfa			
Ti-5Al-2.5Sn	720 a 845	1/6 a 4	Aire
Ti-8Al-1Mo-1V	790(a)	1 a 8	Aire o Horno
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	900(a)	½ a 1	Aire
Ti-6Al-2Nb-1Ta-0.8Mo	790 a 900	1 a 4	Aire o Horno
Aleaciones de titanio alfa-beta			
Ti-6Al-4V	705 a 790	1 a 4	Aire o Horno
Ti-6Al-6V-2Sn (Cu +Fe)	705 a 815	¾ a 4	Aire o Horno
Ti-3Al-2.5V	650 - 760	½ a 2	Aire
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	(c)	----	----
Ti-5Al-2Sn-4Mo-2Zr-4Cr (Ti-17)	(c)	----	----
Ti-7Al-4Mo	705 a 790	1 a 8	Aire
Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr-0.25Si	705 a 815	1 a 2	Aire
Ti-8Mn	650 a 760	½ a 1	(d)
Aleaciones de titanio beta o cerca de beta			
Ti-13V-11Cr-3Al	705 a 790	1/6 a 1	Aire o Agua
Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn (Beta III)	690 a 760	1/6 a 1	Aire o Agua
Ti-3Al-8V-6Cr-4Zr-4Mo (Beta C)	790 a 815	¼ a 1	Aire o Agua
Ti-10V-2Fe-3Al	(c)	----	----
Ti-15V-3Al-3Cr-3Sn	790 a 815	1/12 a 1/4	Aire
<p>(a) Para laminas y Placas, seguido por ¼ h a 790 °C, después enfriado en aire.</p> <p>(b) Para laminas, seguido por ¼ h a 790 °C, después enfriado en aire (mas 2 h a 595 °C, después enfriado en aire, en ciertas aplicaciones). Para Placas, seguido por 8 h a 595 °C, después enfriado en aire.</p> <p>(c) Normalmente no proporcionado o usado en la condición de recocido.</p> <p>(d) Enfriamiento en horno o lento a 540 °C, después enfriamiento en aire.</p>			

1.5. 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 del componente son llamadas cristales o granos. Las orientaciones de granos en los policristales son raramente al azar debido al procesamiento al que los materiales policristalinos son normalmente sometidos, tal como la solidificación de la fusión, laminación en caliente, laminación 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 ocurrirá para 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 [33], la influencia de la textura en las propiedades del material es, en muchos casos, del 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, la resistencia, la ductilidad, la tenacidad, la permeabilidad magnética, la conductividad eléctrica y la expansión térmica (en materiales no cúbicos) [34]. 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 laminación (DL) del espécimen.

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 ya que permiten correlacionar microestructuras, relaciones entre granos vecinos y textura [35]. Entre las maneras de describir la textura, las figuras de polo (FP), las figuras de polo inversas (FPI) y la función de distribución de orientación (ODF), son los métodos más usados.

La figura de polo (Figura 1.7) es una proyección [36], comúnmente representada como una proyección estereográfica, la cual muestra la variación de la densidad de polos o planos normales, para un conjunto selecto de planos cristalinos teniendo a la dirección de laminación (DL), la dirección transversal (DT) y la dirección normal del espécimen como ejes de referencia. Las figuras de polo son medidas usando la difracción de rayos X y, para tener una reflexión específica (hkil), se cumple la siguiente condición, conocida como la ley de Bragg, la ecuación (1.1).

$$n\lambda = 2d_{hkl} \text{ sen } \theta \quad (1.1)$$

Durante la medición de la figura de polo, para determinar una densidad de polo, los restos detectados de rayos X al apropiado ángulo 2θ estacionario, para recibir las reflexiones (hkil), mientras el espécimen gira de dos maneras particulares. Estas rotaciones permiten una examinación completa de la superficie del espécimen y el posicionamiento del espécimen en el goniómetro de textura.

La construcción de figuras de polo por el trazo de puntos, como aquel ilustrado en la Figura 1.7, es muy útil para especímenes granulados gruesos y para el material de grano fino los datos de intensidad se presentan normalmente como contornos de valor igual; el valor de intensidad de cada contorno se expresa como la proporción del valor medido para el espécimen texturizado al valor para un espécimen orientado al azar. Con el ángulo de difracción fijo en la posición de polo deseada, el goniómetro de la figura de polo gira el espécimen para producir todas las orientaciones del espécimen para la posición difractada. Los datos son obtenidos determinando la intensidad de la línea de difracción de polos como una función de orientación del espécimen. Las intensidades medidas pueden trazarse entonces como las líneas de contorno. Una correlación cuantitativa entre la textura y una propiedad física o mecánica requiere la determinación de la distribución real de intensidad de la línea de difracción basada en varias figuras de polo.

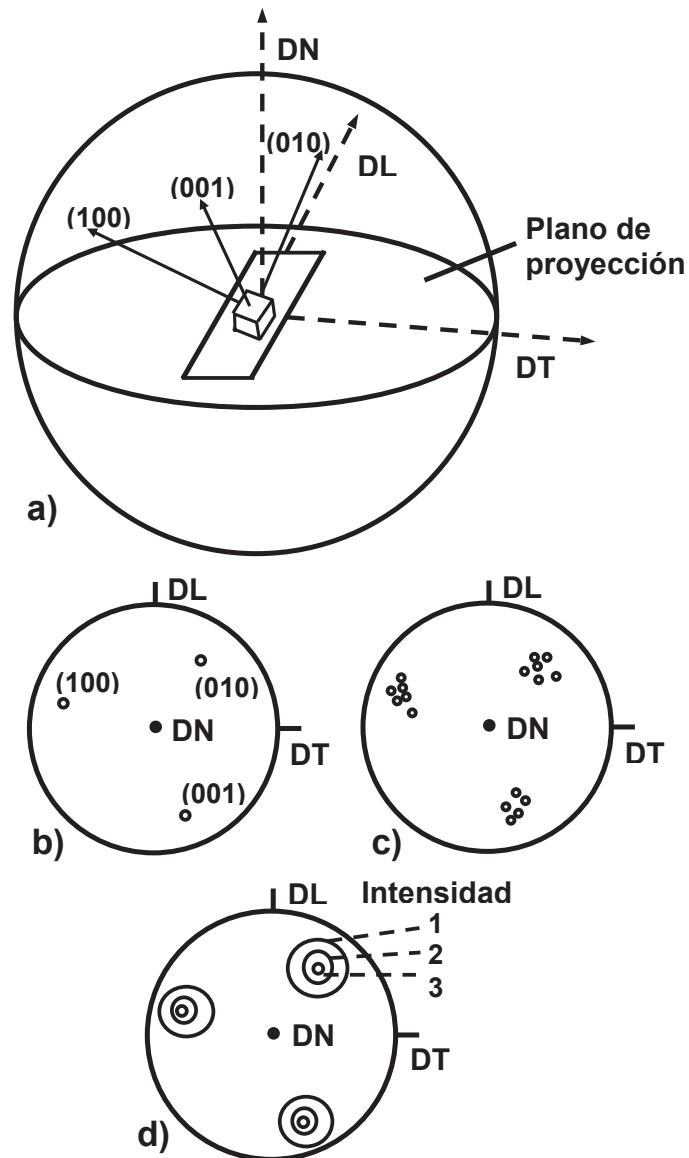


Figura 1.7 Formación de figuras de polo, (a) Proyección sobre el plano de referencia de los ejes del espécimen, (b) Proyección de un grano en el plano de referencia (c) Proyección para otros granos (d) La densidad de contornos de otros granos. (esquemáticamente).

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

La Figura 1.8, muestra las texturas de laminación resultantes, en forma de figuras de polo, como una función de la relación c/a .

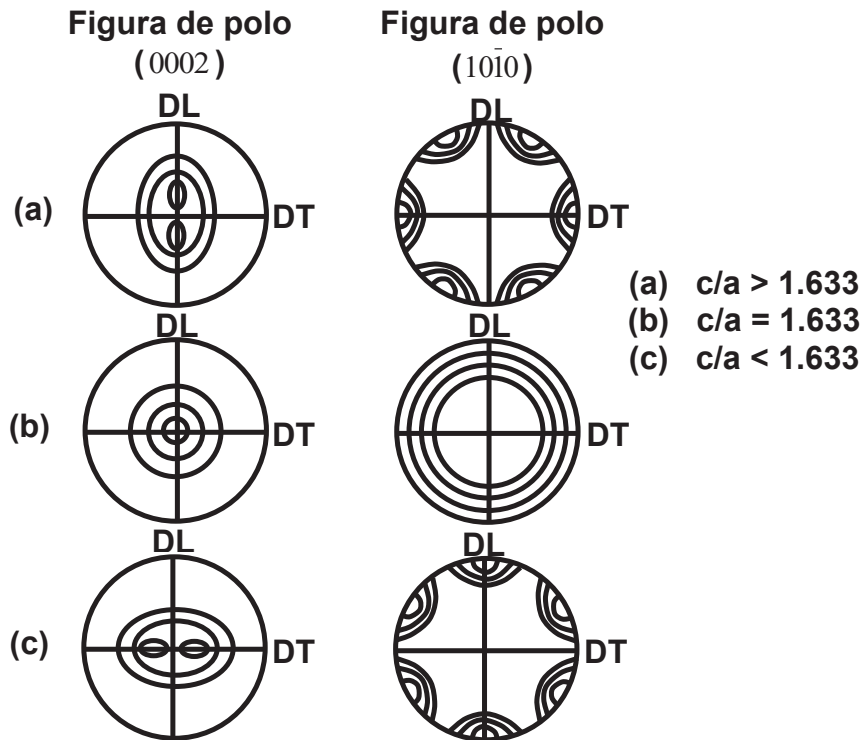


Figura 1.8 Texturas de laminas en materiales HCP como una función de relaciones c/a (esquemáticamente). [15]

La textura ideal del componente laminado en frío es representada en la Figura 1.9 y otras texturas típicas en materiales hexagonales se muestra en la Figura 1.10. [37].

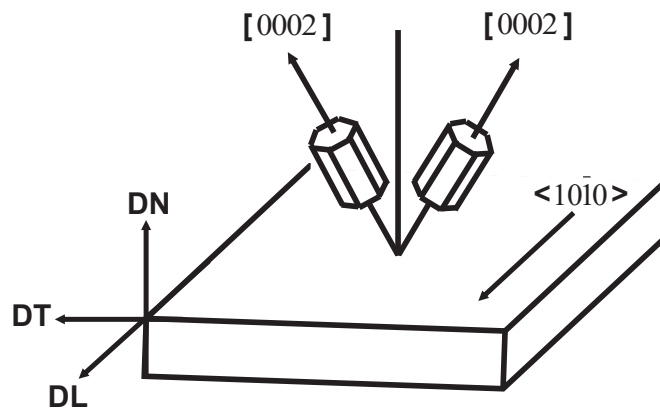


Figura 1.9 Textura ideal del componente laminado en frío para el titanio laminado en frío $\{2\bar{1}15\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$. [15]

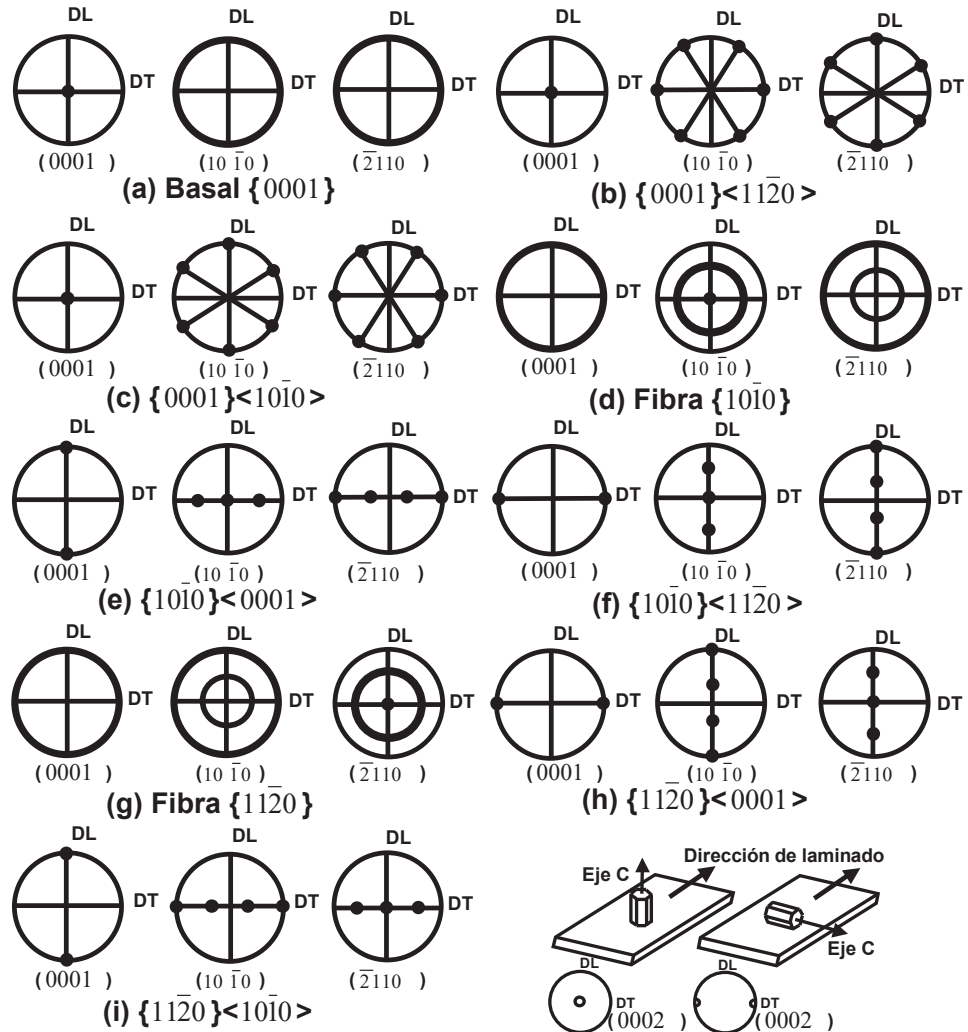


Figura 1.10 Texturas Típicas. [15]

1.5.1. Textura en el laminado 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 laminado en frío. Knight y Guillaume reportaron la evolución de la textura de las laminas de titanio comercialmente puras después del laminado en frío debido a 21.4% y 89.4% de reducción de espesor y Guillaume observó que el componente de textura más intenso, para ambos grados de reducción fue de $(\bar{2}115) [0\bar{1}10]$ [38]. Trabajando con laminas de titanio laminadas en frío, Philippe encontró el mismo resultado y reporto haber encontrado componentes de textura después del laminado en frío de aleaciones de titanio y zirconio [39].

1.6. Termoelectricidad

La termoelectricidad es el resultado del transporte intrínsecamente acoplado de electricidad y calor en metales. La densidad de corriente eléctrica \mathbf{j} y el flujo térmico \mathbf{h} producido por una combinación dada de potencial termoeléctrico Φ y las distribuciones de temperatura T , están dadas por Joshi [20]:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{j} \\ \mathbf{h} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma & \bar{\epsilon} \\ \bar{\epsilon} & \kappa \end{bmatrix} \begin{bmatrix} -\nabla\Phi \\ -\nabla T \end{bmatrix} \quad (1.2)$$

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 $\bar{\epsilon} = \sigma S T$.

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.

El flujo total de energía $\mathbf{h} + \Phi \mathbf{j}$, 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:

$$\nabla \cdot \mathbf{h} + \nabla \Phi \cdot \mathbf{j} = C \dot{T} \quad (1.3)$$

Donde C es el calor específico.

De la ley de Maxwell se tiene :

$$\nabla \cdot \mathbf{j} = 0 \quad (1.4)$$

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 $\nabla\Phi \bullet j$. Finalmente, para el estado estable la ecuación para la carga térmica se reduce a:

$$\nabla \bullet h = 0 \quad (1.5)$$

Tomando en cuenta lo anterior y considerando que $\sigma\kappa - \epsilon\bar{\epsilon} \neq 0$, tenemos el Laplaciano de T, y eliminando Φ , se tiene:

$$\nabla^2 T = 0 \quad (1.6)$$

y

$$\nabla^2 \Phi = 0 \quad (1.7)$$

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 (1.2) 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.

1.6.1. 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 (PND) 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 1.11, muestra un diagrama esquemático de las mediciones termoeléctricas como se realiza frecuentemente en la caracterización no destructiva de materiales.

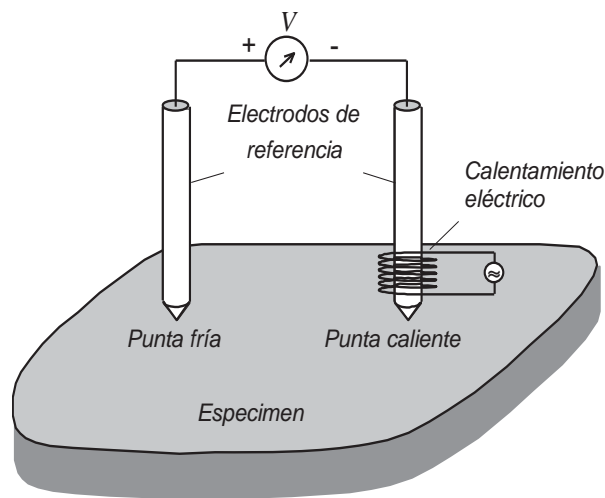


Figura 1.11 Diagrama esquemático de las mediciones termoeléctricas más comúnmente usadas en la caracterización no destructiva de materiales.

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 está dada por Joshi [20]:

$$V = \int_{T_c}^{T_h} [S_S(T) - S_R(T)] dT = \int_{T_c}^{T_h} S_{SR}(T) dT \quad (1.8)$$

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:

$$S_{SR} = S_S - S_R \quad (1.9)$$

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:

$$V \approx (T_h - T_c) S_{SR} \quad (1.10)$$

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 [40]. El efecto volumétrico está 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 [41, 42], expresado por la ecuación siguiente:

$$S = \frac{\pi^2}{3} \frac{k_B^2 T}{e} \frac{\partial}{\partial E} [\ln \sigma(E)]_{E=E_f} \quad (1.11)$$

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 el espécimen examinado 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.

1.6.2. Efecto Seebeck

Para explicar este efecto, considérese 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 1.12. Los electrones en la región caliente tienen mayor energía y por lo tanto tienen mayores velocidades que los de la región fría. 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 importante para entender el efecto termoeléctrico. Por consiguiente, hay una difusión neta de electrones del extremo caliente hacia el extremo frío, lo cual deja 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 un nuevo movimiento 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 Seebeck, ya que Thomas Seebeck observó el efecto termoeléctrico en 1821 usando dos metales diferentes como termopares que es la única forma de observar el fenómeno. Fue Thompson (Lord Kelvin) quien describió el efecto observado.

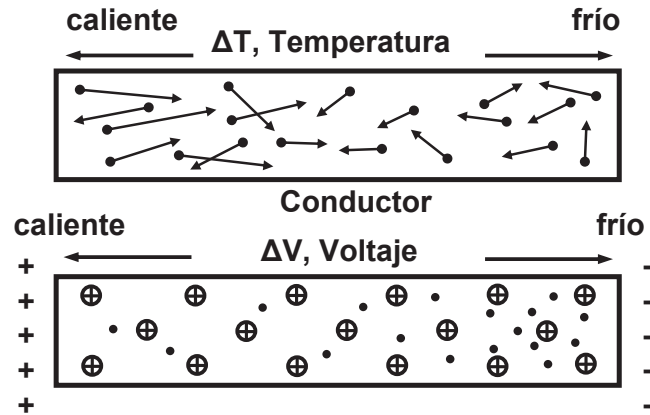


Figura 1.12 Efecto Seebeck. Un gradiente de temperatura en un conductor origina una diferencia de potencial. [43]

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, es decir, coeficiente Seebeck:

$$S = \frac{dV}{dT} \quad (1.12)$$

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

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:

$$\Delta V = \int_{T_0}^T S dT \quad (1.13)$$

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:

$$E_{av}(T) = \frac{3}{5} E_{FO} \left[1 + \frac{5\pi^2}{12} \left(\frac{kT}{E_{FO}} \right)^2 \right] \quad (1.14)$$

Donde E_{FO} 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_{FO} . 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 1.13.

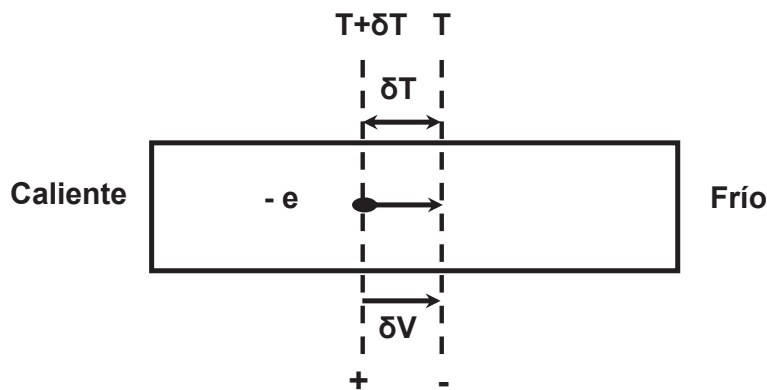


Figura 1.13 Elemento diferencial. [43]

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 $E_{av}(\text{caliente})$ a $E_{av}(\text{frío})$:

$$-e\delta V = E_{av}(T + \delta T) - E_{av}(T) \quad (1.15)$$

Sustituyendo en esta ecuación la energía promedio y simplificándola se obtiene:

$$-e\delta V \approx \frac{\pi^2 k^2 T \delta T}{2E_{FO}} \quad (1.16)$$

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

$$S \approx -\frac{\pi^2 k^2 T}{2eE_{FO}} \quad (1.17)$$

1.6.3. Fenómeno de difusión de electrones

Cuando los especímenes han sufrido la deformación plástica debido al laminado en frío la estructura cristalina no está debidamente ordenada, ocasionando que la trayectoria y la velocidad de difusión que siguen los electrones sean en distintas direcciones, esto debido a que presenta una orientación preferencial hacia la dirección de laminado y por tanto provoca una diferencia del potencial termoeléctrico. Sin embargo, cuando se 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.

1.7. Fenómeno anisotrópico

Se sabe que cuando un material es trabajado en frío por cualquier tipo de tratamiento en frío, introducirá cambios en las propiedades mecánicas y eléctricas del material, es decir, 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 trabajado en frío, el proceso, la composición química del material, entre otros. Kropschot y Colaboradores [44], 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 disminuir su dureza. En la Figura 1.14, se muestra el voltaje termoeléctrico como una función de la punta caliente mientras la punta fría permanece a $T_C = -269 \text{ }^\circ\text{C}$. La parte importante para este trabajo es la pendiente de la curva a temperatura ambiente, la cual es próxima a $0.02 \text{ } \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ y representa una variación relativa 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.

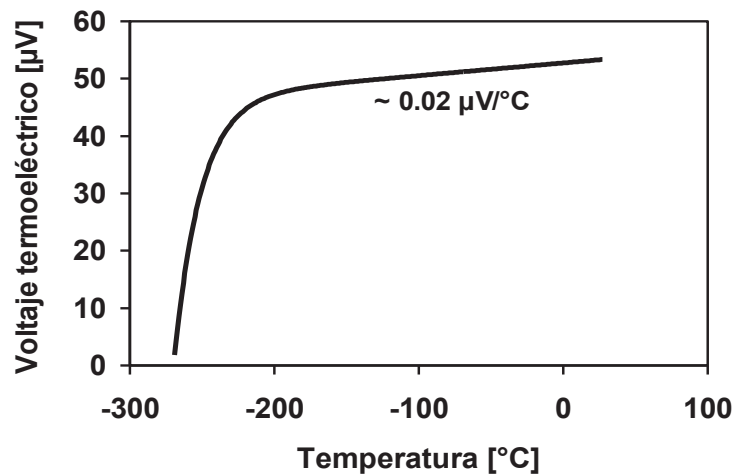


Figura 1.14 Voltaje termoeléctrico producido por un termopar recocido hecho con hilos de cobre puro tensados en frío (La punta fría se mantuvo a $T_C = -269 \text{ }^\circ\text{C}$). [44]

Posteriormente, Rowe y Schroeder [45], demostraron la anisotropía en materiales HCP tales como el Cd, el Zn y el Mg, dicho fenómeno se observa claramente en la Figura 1.15.

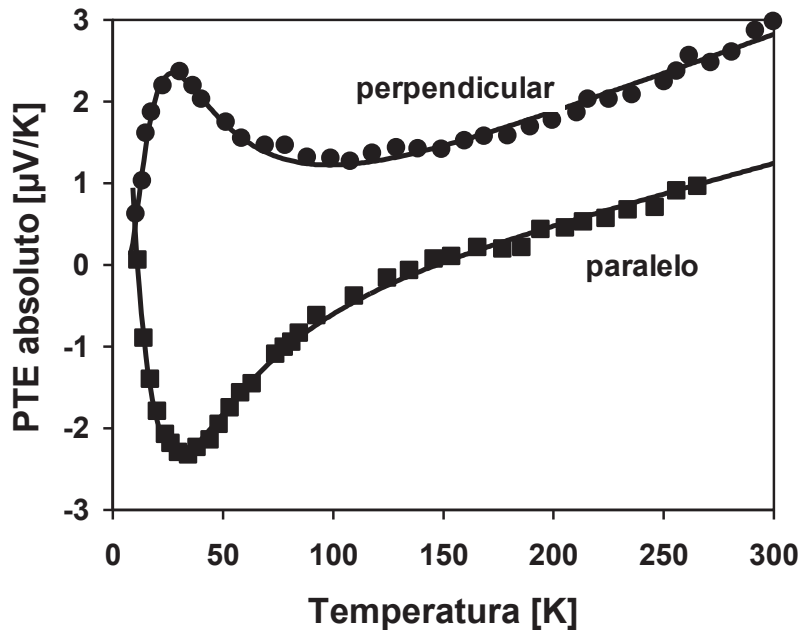


Figura 1.15 Anisotropía en materiales HCP. [45]

Existen pocos metales estructurales de gran importancia práctica que tengan una estructura cristalina hexagonal, los cuales, exhiben anisotropía termoeléctrica, tales como el titanio y sus aleaciones [46-47]. Carreón y colaboradores [48], condujeron una serie de experimentos en una placa de Ti-6Al-4V laminada en frío, encontrando una anisotropía de la conductividad eléctrica, es decir, la diferencia relativa entre las direcciones principales era aproximadamente 2.3%. También midieron el grado de anisotropía termoeléctrica usando la técnica termoeléctrica convencional la cual permite realizar medidas direccionales en una placa rectangular. La Figura 1.16, muestra la dependencia de la orientación de la medición con el potencial termoeléctrico absoluto en un espécimen de Ti-6Al-4V laminado en frío (símbolos) junto con la mejor curva sinusoidal ajustada (línea sólida). La anisotropía relativa del potencial termoeléctrico que obtuvieron fue aproximadamente 3.1%, un valor un tanto mayor que el de la conductividad eléctrica.

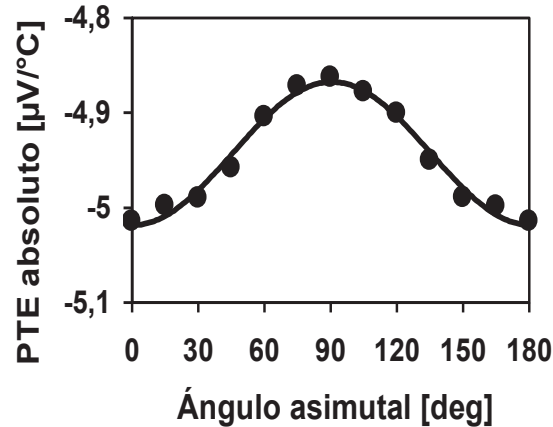


Figura 1.16 Dependencia de la orientación con el potencial termoeléctrico en Ti-6Al-4V laminado en frío. [48]

1.8. Anisotropía en la velocidad acústica

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. La característica más común es la orientación dependiente de la velocidad acústica. La Figura 1.17, muestra la configuración geométrica utilizada para comprobar la dependencia con la orientación de la velocidad transversal (corte) 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.

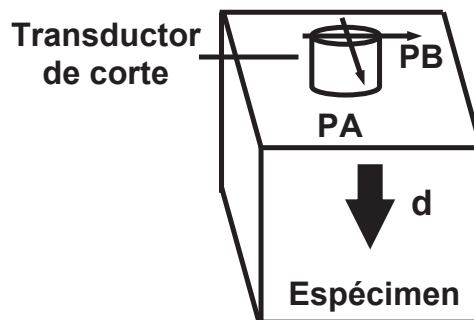


Figura 1.17 Configuración geométrica para la medición de la birrefringencia por medio de la velocidad de corte.

Para la determinación de la velocidad ultrasónica se utilizará en este trabajo 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 1.18 muestra un tren de ecos de las múltiples reflexiones de la propagación ida-vuelta del pulso ultrasónico a través de un espécimen.

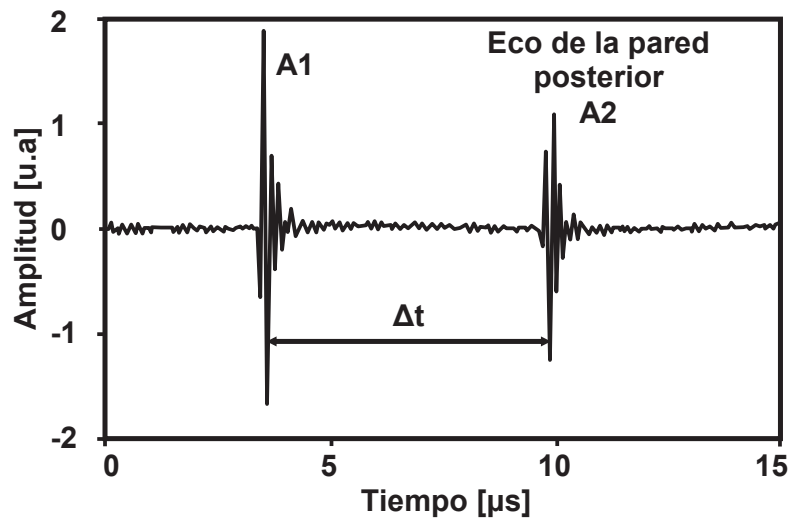


Figura 1.18 Tren de ecos recibidos por la pared posterior del espécimen.

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 fórmula:

$$c = \frac{2d}{\Delta t} \quad (1.18)$$

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 (1.18) aparece debido a que la onda ultrasónica debe viajar en el espesor del espécimen dos veces (ida-vuelta) para 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.

1.8.1. Fenómeno de birrefringencia

La birrefringencia es la refracción de la onda ultrasónica propagada en una dirección dada en dos ondas con velocidad ligeramente diferente y mutuamente polarizadas de manera ortogonal. La Figura 1.17 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 1.19 muestra la señal de los dos modos, rápido y lento cuando la dirección de polarización es de 45° entre direcciones puras debido a la birrefringencia.

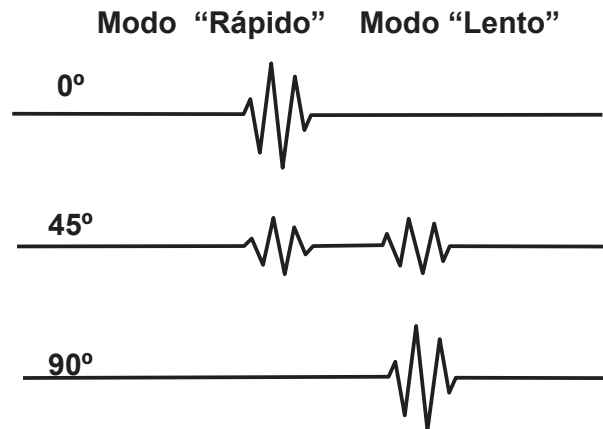


Figura 1.19 Fraccionamiento de la señal ultrasónica transversal en los componentes rápido y lento cuando la dirección de polarización es entre las direcciones puras debido a la birrefringencia.

1.9. Análisis metalográfico

La microestructura de las aleaciones de titanio se influencia fuertemente por la historia del proceso y el tratamiento térmico de la aleación. La examinación de las aleaciones de titanio proporciona la información útil sobre el proceso del material, la fusión y el trabajado del metal. El análisis metalográfico se usa para descubrir los defectos o anomalías de la fundición, la valoración cualitativa de la uniformidad y el refinamiento de grano, así como la determinación del flujo de grano en los materiales trabajados.

En las aleaciones bifásicas ($\alpha + \beta$), la fase alfa con estructuras (HCP), el resultado del trabajado unidireccional del metal es la generación de los granos alargados α (Figura 1.20), que, normalmente, se encuentran en las secciones longitudinales de las aleaciones laminadas o extruidas, para acomodar la deformación del material debido al trabajado en frío.

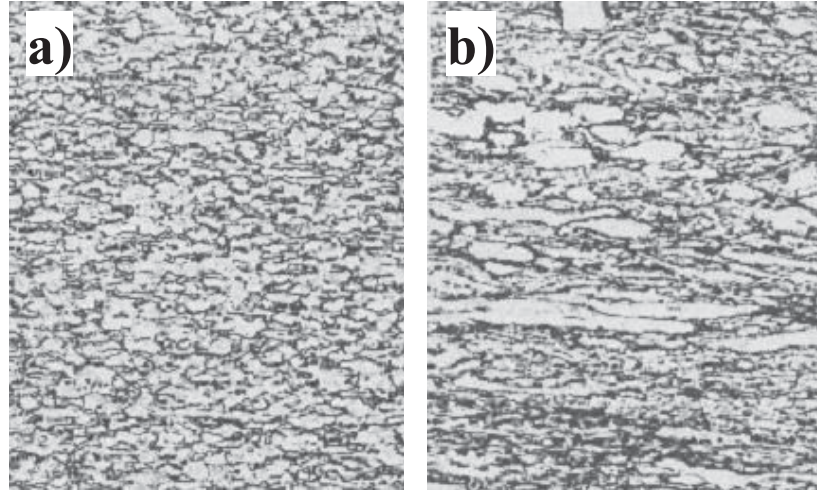


Figura 1.20 Micrografías de lamina de titanio Ti-6Al-4V. (a) granos ligeramente alargados de α (claro) e intergranular β (oscuro) 250x. (b) área que muestra más bandas en la estructura, granos alargados de α (claro) e intergranular β (oscuro) 250x. [32]

El comportamiento microestructural para las aleaciones ($\alpha + \beta$), se influencia por el trabajado suficiente y el tratamiento térmico apropiado, produciendo una estructura cristalina completamente equiaxiada, usualmente son desarrollados los granos α equiaxiados (Figura 1.21), por los tratamientos térmicos de recocido de aleaciones trabajadas en frío sobre la temperatura de recristalización [49].

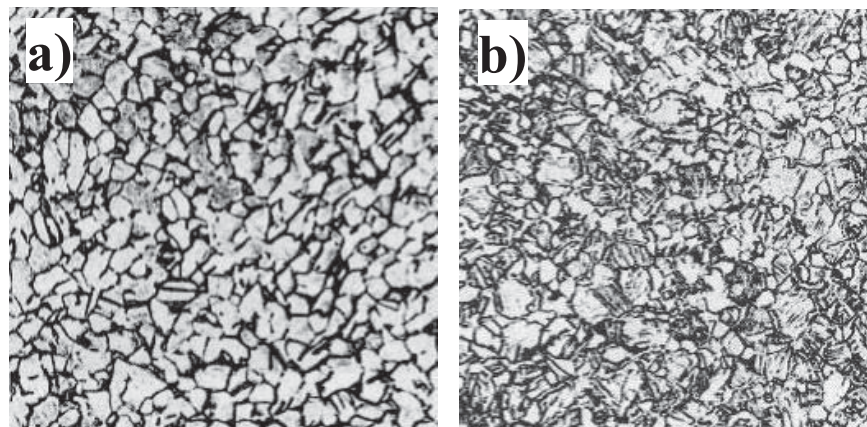


Figura 1.21 Micrografías de titanio Ti-6Al-4V Recocido. (a) granos α equiaxiados (claro) e intergranular β (oscuro) 250x. (b) granos α equiaxiados (claro) en una matriz β transformada (oscuro) 250x. [32]

CAPITULO 2

o

2.1. Material

En esta investigación se utilizaron especímenes de Ti-6Al-4V. El material fue provisto por Titanium Industries, Inc. En forma de laminas, las 3 laminas en condiciones de laminado en frío, con dimensiones de 300 mm de largo, 300 mm de ancho y tres diferentes grados de deformación plástica en cada una de ellas, teniendo espesores de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm (Figura 2.1). Se muestra la composición química en la Tabla 2.1.



Figura 2.1 Láminas utilizadas en la experimentación de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm de espesor respectivamente.

Tabla 2.1 Composición química de la aleación Ti-6Al-4V (% en peso).

Espesor	N	C	H	Fe	O	Al	V	Ti
1.6 mm	0.006	0.012	0.003	0.17	0.16	6.14	3.85	89.659
3.2 mm	0.005	0.009	0.002	0.17	0.15	6.10	3.93	89.634
6.4 mm	0.007	0.017	0.006	0.16	0.19	6.22	4.06	89.340

2.1.1. Determinación de la dirección de laminación

El proceso de laminado en frío de un material puede afectar la velocidad de la onda ultrasónica, debido a la textura cristalográfica y a la anisotropía de propiedades que adquiere el material en este proceso, presentándose la birrefringencia que es la refracción de una onda ultrasónica propagada en una dirección dada en dos ondas con velocidades ligeramente diferentes y polarizaciones mutuamente ortogonales. Por lo que, se puede determinar la dirección de laminación a partir la medición del tiempo de los modos rápido y lento de la onda de corte ultrasónica.

En la medición de los tiempos de la onda de corte ultrasónica, se generó la propagación de la onda de corte del transductor al espécimen empleando miel como medio de acople, en la dirección del espesor del material, con polarización en la dirección de laminación correspondiente a la dirección en que se mide el modo puro rápido, que será el largo de los especímenes, y girando el transductor 90° se obtuvo la polarización de la dirección transversal a la laminación correspondiente al modo puro lento, que será el ancho de los especímenes, para su análisis de textura por medición del potencial termoeléctrico, como se muestra en la Figura 2.2, de manera esquemática.

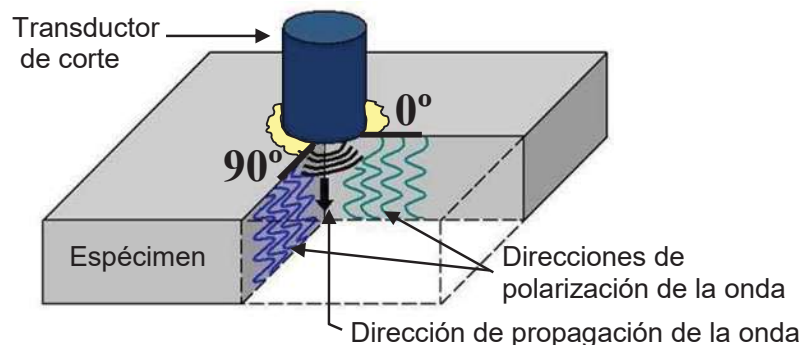


Figura 2.2 Polarizaciones de la onda de corte en la birrefringencia, para obtener la dirección de laminado.

2.2. Tratamiento térmico

Los especímenes con los tres diferentes espesores fueron sometidos a un proceso de recocido (Figura 2.3), el cual consistió en calentarlos hasta 760 °C, manteniéndolos a esta temperatura por 2 horas, esto para permitir que la estructura cristalina se acomodara completamente al moverse las dislocaciones y eliminarse los esfuerzos residuales del proceso de laminado en frío, donde se obtiene textura y anisotropía de las propiedades debida al proceso de fabricación y, posteriormente, se enfriaron lentamente en aire hasta la temperatura ambiente, para tener la eliminación de dislocaciones y la recristalización de los granos alargados, obteniendo una estructura recristalizada con granos equiaxiados e isotropía en sus propiedades.

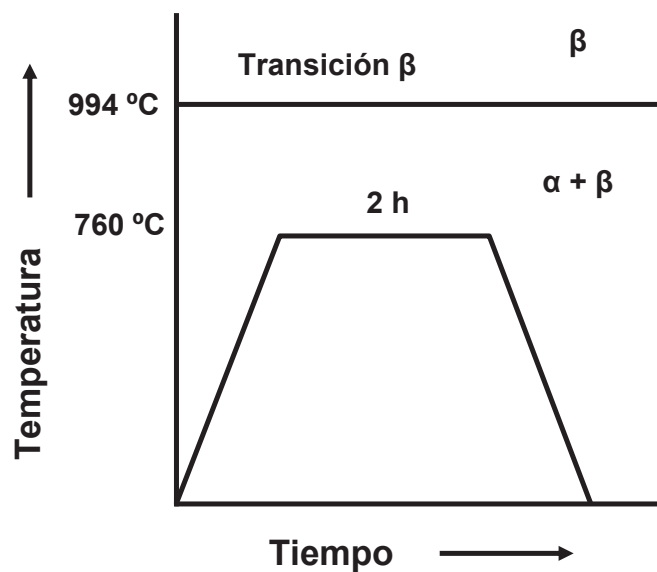


Figura 2.3 Diagrama de Tiempo-Temperatura del tratamiento térmico de recocido.

2.3. Potencial termoeléctrico

La evolución de la textura en la aleación Ti-6Al-4V laminada en frío se estudió en sus tres reducciones (1.6, 3.2 y 6.4mm), con la finalidad de detectar la anisotropía del potencial termoeléctrico, para cada uno de los especímenes laminados en frío y tratados con el proceso de recocido, fueron realizadas 200 mediciones del potencial termoeléctrico tanto en los especímenes laminados en frío como en los especímenes tratados térmicamente por recocido, efectuándose 100 mediciones en la dirección de laminado y las otras 100 mediciones en la dirección transversal a la dirección del laminado, las que se ilustran en la Figura 2.4, esto con la finalidad de tener resultados mas confiables, asegurando tener la repetitividad de las mediciones realizadas y reducir el error al hacer la evaluación del potencial termoeléctrico.

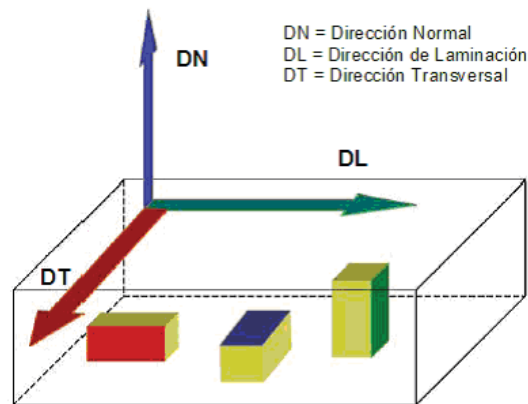


Figura 2.4 Arreglo geométrico del espécimen.

Las mediciones del potencial termoeléctrico se realizaron en el equipo ThermoSorter marca Walker Scientific Inc. ATS-6044T, teniendo la precaución de asegurar el contacto entre las puntas y el espécimen para obtener una lectura correcta del potencial termoeléctrico en el espécimen por lo general la medición se lleva a cabo a un ángulo de 30-45° entre las puntas y el espécimen (Figura 2.5), el cual esta basado en el efecto Seebeck, usando dos puntas de medición una de ellas de oro y la otra de cobre, que proveen lecturas relativas en unidades arbitrarias, antes de esto el equipo fue calibrado.



Figura 2.5 ThermoSorter (Walker Scientific, Inc.) y forma en la que se realiza la medición.

2.3.1. Calibración del equipo para la punta de cobre

Inicialmente, se tomaron lecturas de los valores del coeficiente Seebeck absoluto para el cobre, chromel y alumel de la Figura 2.6, en el intervalo de 25 a 125 °C [50], ya que este intervalo presenta una tendencia lineal, es necesario aclarar que aunque los valores se manejan en grados Celsius (°C), los valores que a continuación se reportan están en K ya que en un intervalo de temperatura $1\text{ }^{\circ}\text{C} = 1\text{ K}$.

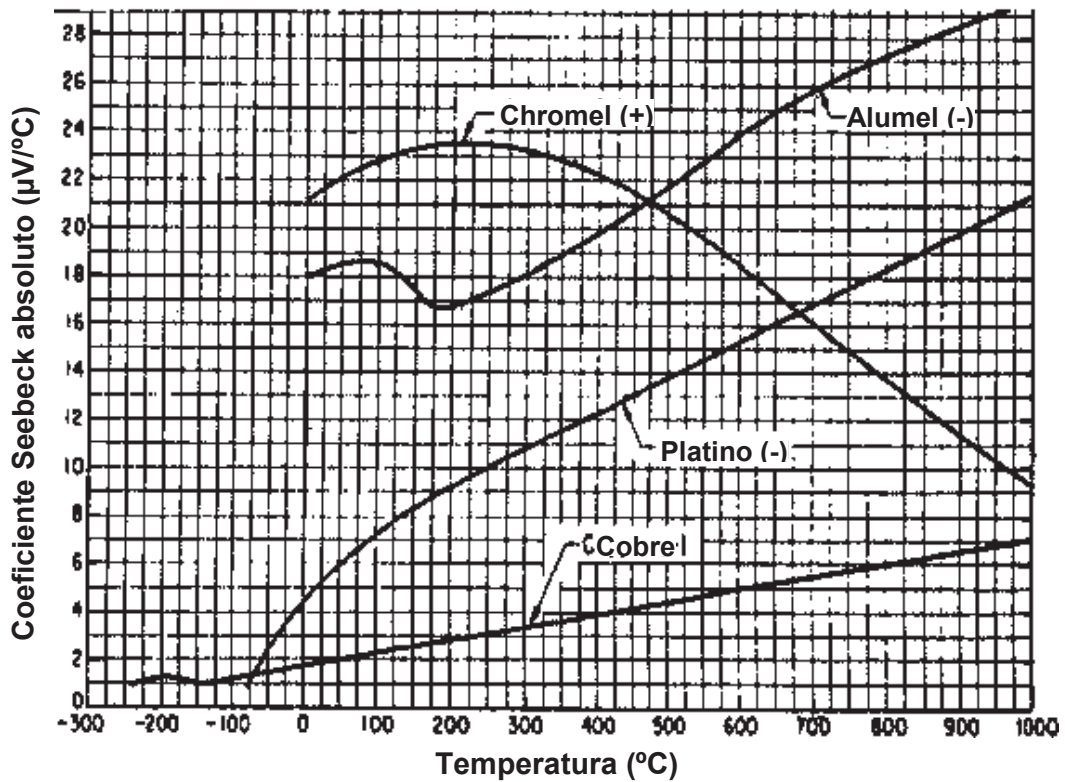


Figura 2.6 Coeficientes Seebeck absolutos en función de la temperatura, para distintos materiales usados comúnmente en la construcción de termopares. [50].

Estos valores se muestran en la Tabla 2.2, para los cuatro especímenes. Posteriormente, se realizaron las mediciones de los especímenes 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 2.3.

Tabla 2.2 Mediciones de los coeficientes Seebeck para los especímenes con la punta de Cu.

ESPECIMEN	LECTURA ($\mu\text{V} / \text{K}$)
Alumel	-18.2
Cobre	2.25
Chromel	22.4
Ti-6Al-4V	-4.9

Tabla 2.3 Mediciones realizadas a los especímenes de referencia con la punta de Cu.

ESPECIMEN	LECTURA (μV)
Alumel	319.13
Cobre	16.6
Chromel	-318.83
Ti-6Al-4V	122.6

Con el conjunto de valores de las Tablas 2.2 y 2.3 se construyó la Tabla 2.4 que se muestra a continuación, con cuyos valores se realizó la regresión lineal.

Tabla 2.4 Valores utilizados para la regresión lineal.

ESPECIMEN	X ($\mu\text{V} / \text{K}$)	Y (μV)
Alumel	-18.2	319.13
Cobre	2.25	16.6
Chromel	22.4	-318.83
Ti-6Al-4V	-4.9	122.6

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

$$y = -15.560x + 39.563$$

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:

$$x = \frac{y - 39.563}{-15.563}$$

Sabiendo que:

$$x [\mu V / K] = \frac{\text{valor medido} [\mu V] - 39.563}{-15.563}$$

Además, se repitió el mismo procedimiento pero realizando las mediciones en la modalidad de baja sensibilidad; estos se reportan en la Tabla 2.5.

Tabla 2.5 Valores utilizados para la regresión lineal en la modalidad de baja sensibilidad.

ESPECIMEN	X ($\mu V / K$)	Y (μV)
Alumel	-18.2	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:

$$y = -5.856x + 14.52$$

de donde:

$$x = \frac{y - 14.52}{-5.856}$$

o bien:

$$x [\mu V / K] = \frac{\text{valor medido} [\mu V] - 14.52}{-5.856}$$

Finalmente, se muestra un resumen de los valores en la Tabla 2.6 y el gráfico obtenido de la curva de calibración para la punta de cobre en las modalidades de alta y baja sensibilidad (Figura 2.7).

Tabla 2.6 Resumen de mediciones obtenidas para la calibración con la punta de cobre.

ESPECIMEN	ALTA SENSIBILIDAD		BAJA SENSIBILIDAD	
	Lectura [$\mu\text{V}/\text{K}$]	Mediciones [μV]	Lectura [$\mu\text{V}/\text{K}$]	Mediciones [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
	$Y = -15.560x + 39.563$		$y = -5.856x + 14.52$	

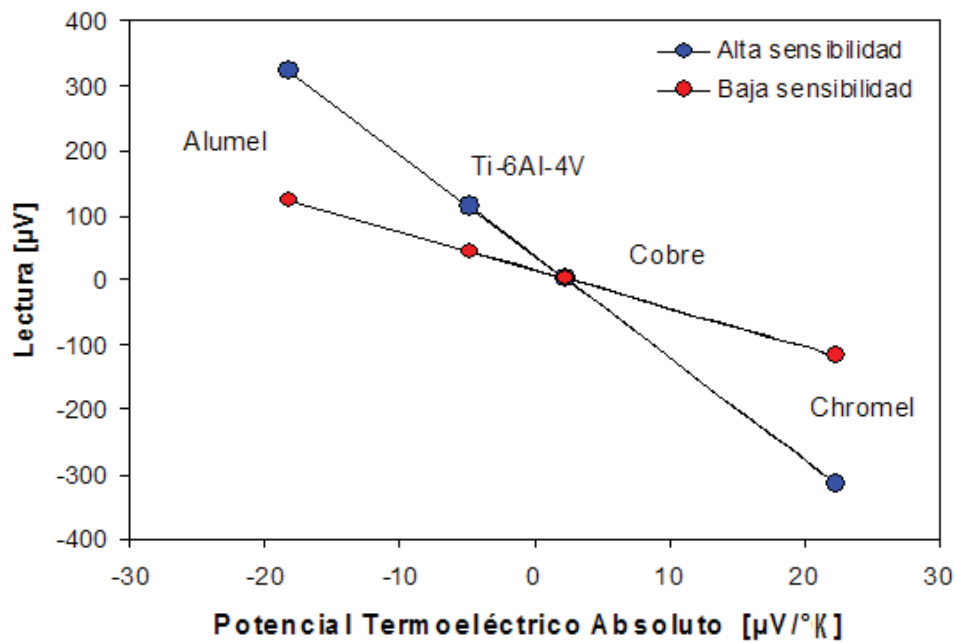


Figura 2.7 Curva de calibración para la punta de cobre.

2.3.2. Procedimiento de calibración para las mediciones realizadas con la punta de oro (Au).

Para la calibración de la punta de Au, se siguió el mismo procedimiento que con la punta de cobre, obteniendo los siguientes resultados los cuales se muestran de manera resumida en la Tabla 2.7 y la gráfica de las curvas de calibración en la Figura 2.8.

Tabla 2.7 Resumen de mediciones obtenidas para la calibración con la punta de Au.

ESPECIMEN	ALTA SENSIBILIDAD		BAJA SENSIBILIDAD	
	Lectura [$\mu\text{V}/\text{K}$]	Mediciones [μV]	Lectura [$\mu\text{V}/\text{K}$]	Mediciones [μV]
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
	$Y = -15.485x + 37.164$		$Y = -5.822x + 13.909$	

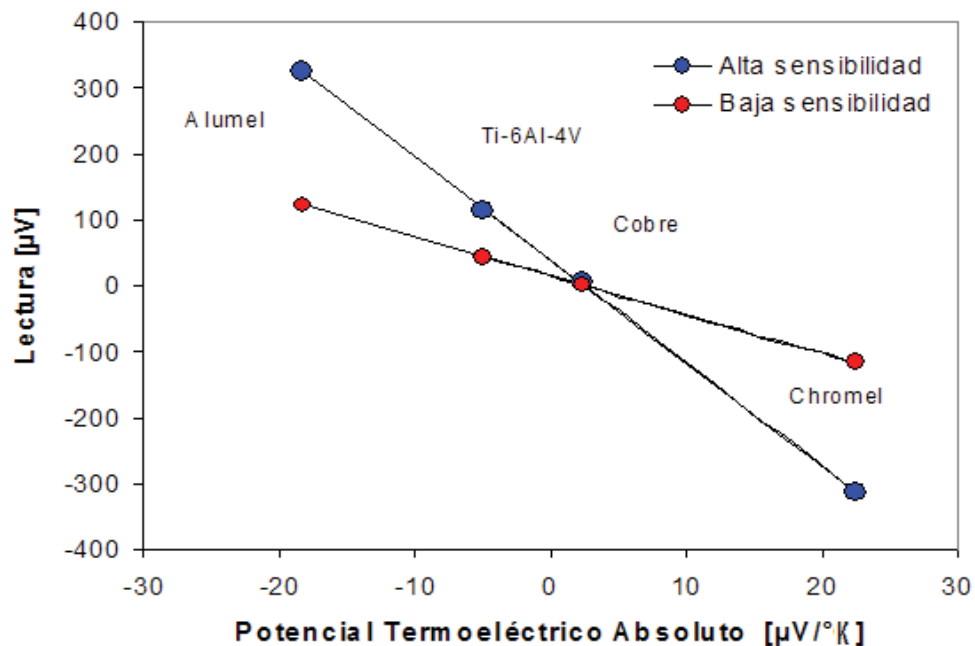


Figura 2.8 Curva de calibración para la punta de oro.

2.4. Velocidad ultrasónica

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 medición de los tiempos de viaje de la velocidad ultrasónica de corte. 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", se ilustran esquemáticamente en las Figuras 2.9 y 2.10.

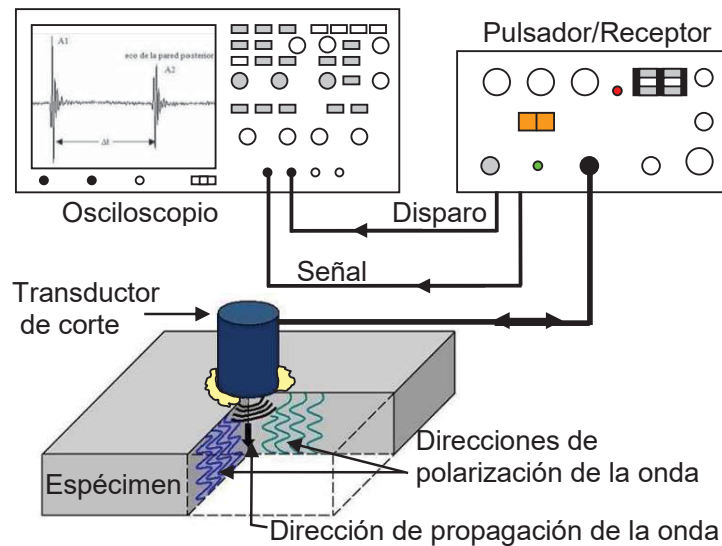


Figura 2.9 Diagrama esquemático de la medición de los tiempos de viaje de las ondas de corte ultrasónicas, para el análisis de textura.

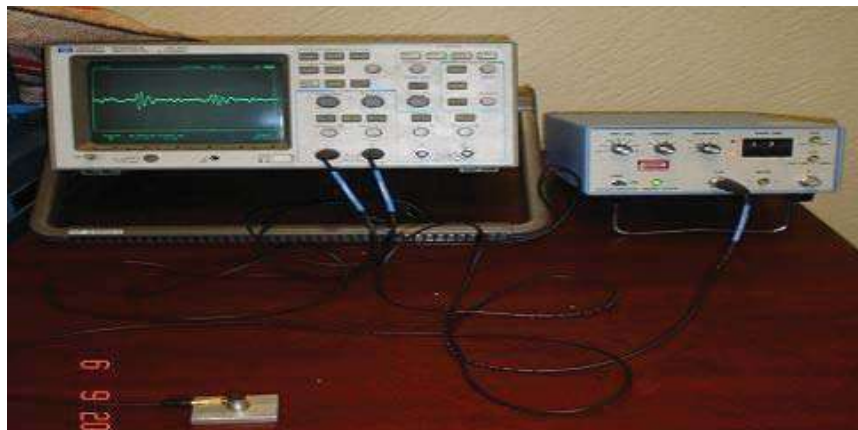


Figura 2.10 Equipo empleado en las mediciones ultrasónicas, osciloscopio, pulsador/receptor y transductor de corte.

En cada uno de los tres especímenes de diferente sección transversal y de espesores de 1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm, la captura de la señal ultrasónica se llevó a cabo de la manera siguiente: el pulsador emite un pulso eléctrico el cual excita al elemento piezoeléctrico que está dentro del transductor este, debido al fenómeno de piezoelectricidad, transforma la energía eléctrica en energía mecánica la cual genera una onda mecánica ultrasónica que se transmite al espécimen a analizar empleando miel como medio de acople entre el transductor y el espécimen, el espécimen es colocado de tal manera que el ángulo entre la dirección de laminado (DL) y la dirección normal (DN) del espécimen es de 0° y 90° , respectivamente. Obteniéndose los tiempos de llegada de la onda reflejada para los modos puros girando el transductor de los 0° a los 90° . 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, ya que las dos ondas ultrasónicas están ortogonalmente polarizadas de manera mutua.

El transductor de corte utilizado fue de ondas de corte de 20MHz, el cual cuenta con un espacio de retardo de 7 microsegundos de la onda de corte producida, la razón del retardo es para evitar trabajar con el campo cercano de la onda de corte, ya que en este campo cercano hay mas distorsión de la señal y al trabajar con el campo lejano se tiene una mejor señal de la onda ultrasónica, este transductor es ilustrado en la Figura 2.11.



Figura 2.11 Transductor de corte con retardo.

2.5. Microscopia óptica

Antes de la caracterización microestructural, los especímenes requieren la preparación metalográfica la cual consistió en los siguientes procedimientos: corte de los especímenes, acondicionamiento, desbaste, pulido, ataque selectivo y análisis metalográfico.

Corte de los especímenes.

De las tres laminas antes mencionadas se cortaron los especímenes por medio de una sierra de cinta marca TITANIUM modelo MC-712 con una velocidad de avance de la cinta de 22 mm/min, utilizando lubricante para impedir su calentamiento y evitar la alteración de la microestructura, obteniéndose los especímenes para su estudio con las siguientes dimensiones: a) 35 mm × 25 mm × 1.6 mm, b) 35 mm × 25 mm × 3.2 mm y c) 35 mm × 25 mm × 6.4 mm. Debido al tamaño de los especímenes no se necesitó el montaje de ellos, pero si un acondicionamiento de las superficies.

Acondicionamiento de los especímenes.

A cada uno de los especímenes, se le dio el acondicionamiento de las superficies, empleándose una rectificadora de disco de carburo de silicio FANAMHER semiautomática (Figura 2.12). El rectificado de los especímenes se realizó con precaución teniendo desbastes de material del orden de milésimas de pulgada en cada pasada del disco y empleando agua como refrigerante, con este rectificado se le proporcionó a las superficies un buen acabado paralelo.



Figura 2.12 Rectificadora FANANHER semiautomática.

Desbaste.

El desbaste de los especímenes fue húmedo con agua para mantener los especímenes fríos y para fluir partículas de metal y abrasivo sueltas, con lijas de carburo de silicio de 240, 400, 600 y 1000 Grit (Tabla 2.8), los especímenes se deslizaron en la lija, con bajas velocidades y sin presión excesiva, para conservar la superficie paralela y plana, hasta eliminar las marcas del rectificado (o de la lija anterior), enjuagando con agua al terminar cada grado de lija para evitar llevar partículas más burdas a la nueva lija.

Tabla 2.8 Granulometría de las lijas utilizadas.

Lija (Grit)	Tamaño de grano promedio (μm)
320	34.3
400	22.1
600	14.5
1000	9.2

El tiempo empleado en cada etapa de desbaste varía según se va eliminando el desbaste de la etapa anterior, y fue de aproximadamente 15 minutos por lija. Al terminar se prosigue a enjuagar el espécimen con Etanol y se seca con un chorro de aire frío.

Pulido.

El pulido mecánico se realizó en dos etapas, el pulido intermedio y el fino llevándose a cabo en una pulidora ECOMET₃ Marca BUEHLER de velocidad variable (10 - 500 rpm). El pulido intermedio fue llevado a cabo sobre un paño Lecloth B-PSA (LECO), con pasta de diamante sintética (LECO) de 3 μm de tamaño de grano y Etanol como lubricante-refrigerante-dispersante en cantidad óptima. La velocidad de trabajo para este caso fue de 150 rpm, girándose el espécimen en dirección contraria al giro del plato de la pulidora, durante 20 minutos (Figura 2.13). Al terminar este pulido intermedio se enjuagó el espécimen con agua eliminando el desbaste del espécimen y la pasta de diamante que quedó adherida evitando pasar partículas más grandes al paño siguiente, además se roció con Etanol y se secó con un chorro de aire frío para

protegerlo de la oxidación. El procedimiento para el pulido fino es el mismo, pero con velocidad baja de 80 rpm, el paño y la pasta de diamante de 1 μm obteniendo un acabado de la superficie espejo. La Tabla 2.9, presenta un resumen de los materiales empleados, en las etapas de pulido.

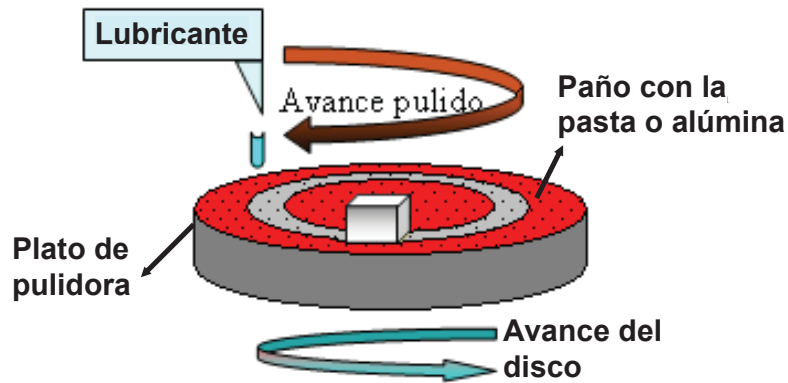


Figura 2.13 Procedimiento de pulido.

Tabla 2.9 Materiales para el pulido.

Paño (LECO)	Abrasivo	Lubricante y dispersante
Lecloth B-PSA	Pasta de Diamante LECO de 3 μm	Etanol
Lecloth B-PSA	Pasta de Diamante LECO de 1 μm	

Ataque selectivo.

Este tipo de ataque se realizó sobre la superficie pulida con diferentes reactivos de ataque, la técnica de ataque empleada fue la de inmersión durante el tiempo recomendado, se realizaron pruebas preliminares, con el fin de obtener un reactivo que cumpliera el efecto de revelado óptimo. Los reactivos de ataque empleados se muestran en la Tabla 2.10.

Tabla 2.10 Reactivos empleados.

Reactivo	Tiempo (Seg.)	Reactivo	Tiempo (Seg.)
Keller's 2 ml HF, 3 ml HCl, 5 ml HNO ₃ , 190 ml H ₂ O	10 – 20	Kroll's 1 - 3 ml HF, 2 - 6 ml HNO ₃ , 100 ml H ₂ O	10 – 30
Kroll's 10 ml HF, 30 ml HNO ₃ , 50 ml H ₂ O	10 – 20	Kroll's 10 ml HF 5 ml HNO ₃ , 85 ml H ₂ O	3 – 20

Análisis metalográfico

El estudio metalográfico para la caracterización de los especímenes se realizó por medio de la microscopía óptica. Inmediatamente después del ataque químico de los especímenes, fueron observados con el microscopio óptico invertido de banco marca NIKON, modelo EPIPHOT 300 (Figura 2.14), el cual cuenta con objetivos de 50X, 100X, 200X, 500X y 1000X, con una cámara digital marca NIKON, modelo COOLPIX 995 que cuenta con una escala de referencia de 1 milímetro, dividido en 100 partes de 10 μm . Para registrar la información en forma de fotos y llevar a cabo la caracterización de los especímenes.

**Figura 2.14 Microscopio óptico de banco NIKON EPIPHOT 300.**

2.6. Figuras de polo

Para la corroboración de la presencia de textura en los especímenes laminados en frío y la eliminación de esta debido a la aplicación del tratamiento térmico de recocido, se tomaron los especímenes de titanio con mayor reducción en espesor (1.6 mm) con el laminado en frío y el recocido, a los cuales se les proporcionó un acondicionamiento superficial con lijas de carburo de silicio de 320, 400, 600 y 1000 Grit y pulido mecánico intermedio con pasta de diamante sintético (LECO) de 3 μ m de tamaño de grano y se enviaron a Estados Unidos al laboratorio Lambda Research en Ohio, Cincinnati. Para la obtención de la textura en la fase α de los especímenes empleando las figuras de polo directas (0002), por medio de un difractómetro de rayos X, con un goniómetro de tres grados de libertad, por el método de reflexión de hasta 80° y utilizando radiación K α de cobre.

Las figuras de polo se obtienen a partir de la difracción de rayos X y un goniómetro de tres grados de libertad, que permite el trazado de figuras de polos directas, el haz de rayos X utilizado es monocromático, usualmente radiación de Cu, Co, Mo etc. El montaje característico se ilustra en la Figura 2.15, en donde el haz de rayos X produce interacción constructiva cuando se cumple la condición de Bragg. Para cada material, los ángulos de difracción se calculan a partir de la ley de Bragg:

$$2d \sin \theta = \lambda$$

de donde despejamos θ se obtiene:

$$\theta = \arccos \left(\frac{\lambda}{2d} \right)$$

donde:

λ = la longitud de onda de los rayos X utilizados

d = distancia interplanar.

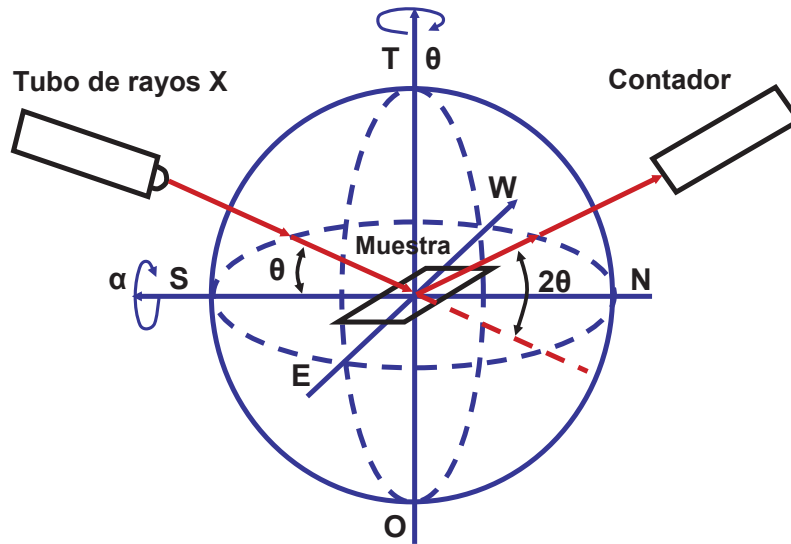


Figura 2.15 Montaje experimental para el trazado de figuras de polos.

Enseguida, para cada ángulo de Bragg, el espécimen se hace girar en torno a un ángulo φ , correspondiente a la normal al plano del espécimen y luego en un ángulo α , perpendicular al anterior y comprendido en el plano de difracción. Con esto se logra explorar la semiesfera de polos. A continuación, se recogen los datos con un detector (contador) y se almacenan en una computadora. Posteriormente, se procesan estos datos, generándose una función de intensidad que depende para cada ángulo de Bragg de φ y α , es decir, $I = I(\varphi, \alpha)$. Finalmente, se comparan estos datos con los de un espécimen patrón, con lo que se obtiene la figura de polos, tal como la que se muestra en la Figura 2.16, que corresponde a la figura de polos (0001) para la fase β de la aleación Ti-6Al-4V después de ser tratada térmicamente.

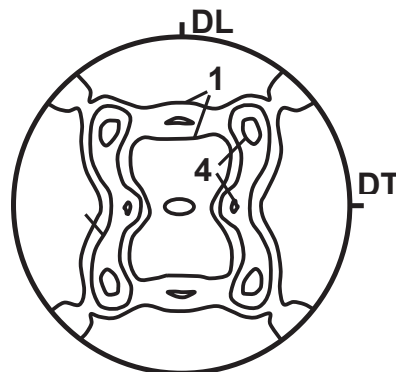


Figura 2.16 Figura de polos (0001) para la aleación Ti-6Al-4V tratada térmicamente.

En la descripción de las texturas se utilizó el método de figuras de polos directas, en esta notación, se utiliza la proyección estereográfica que muestra la distribución de polos, o planos normales, de un plano cristalino específico, usando los ejes del espécimen como los ejes de referencia. Para ello, se sitúa el espécimen en el centro de la esfera fundamental y se proyectan las direcciones de interés (polos) sobre dicha esfera. Por ejemplo, examinando un espécimen laminado, todas las direcciones en el plano de laminado se proyectan como los puntos en el círculo de la figura de polo, la dirección de laminación (DL) normalmente se sitúa en la parte de arriba, y la dirección transversal (DT) normalmente se designa a la derecha de la figura de polo. El centro del círculo corresponde a la dirección normal (DN) al plano de laminado. Las direcciones que quedan en ángulos entre los planos de laminación y normal, se proyectan como puntos dentro del círculo (Figura 2.17). La posición de las direcciones de los planos en la figura de polos, dependerá de la orientación del cristal, por lo que la figura de polos entrega una información directa acerca de la orientación del cristal. Las intensidades relativas con que cada componente de textura aparece en el cristal, se representa a través de curvas de nivel como las ilustradas en la figura de polos (Figura 2.16).

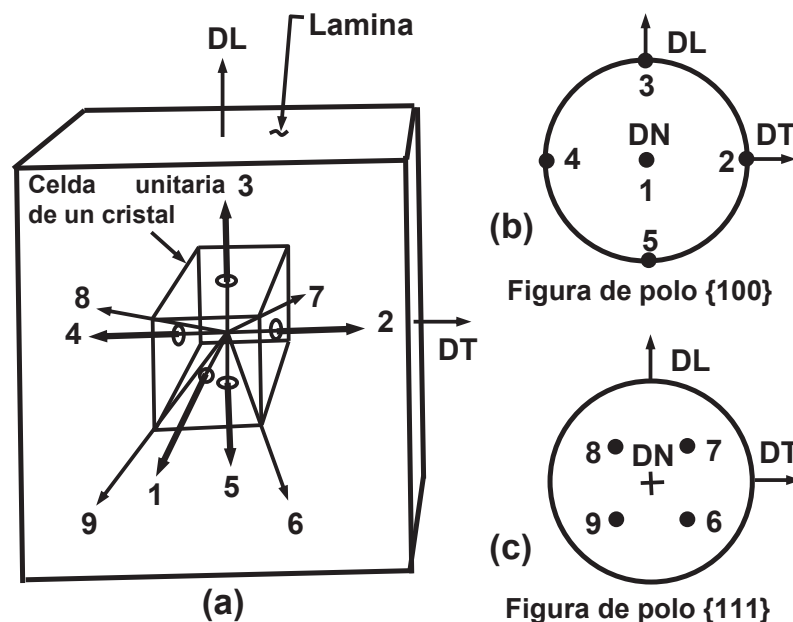


Figura 2.17 Proyección estereográfica para la formación de figuras de polos (a) Celda unitaria cristalina, (b) y (c) Figuras de polo que muestran posiciones de polos en (a), representados por las flechas.

CAPITULO 3

RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Introducción

Este capítulo presentará los resultados experimentales obtenidos de la investigación, para poder establecer la presencia y el grado de textura de los especímenes de Ti-6Al-4V laminados en frío y con el tratamiento térmico de recocido para las tres reducciones de espesor 80%, 60% y 40% (1.6 mm, 3.2 mm y 6.4 mm respectivamente), mediante la medición con técnicas no destructivas como lo es el potencial termoeléctrico y la birrefringencia de ondas ultrasónicas de corte y técnicas destructivas como la metalografía de los especímenes por microscopía óptica y la generación de figuras de polo por difracción de rayos X. Así como la discusión de las relaciones entre los resultados obtenidos por técnicas destructivas empleadas en la detección de textura y técnicas no destructivas que pueden utilizarse para este propósito de acuerdo a los resultados obtenidos.

3.2. Potencial termoeléctrico

En los metales con estructura cristalina hexagonal compacta (HCP) como el titanio, debido al pequeño número de sistemas de deslizamiento activo, su distribución de átomos en el sistema y las relaciones estrictas de orientación cristalográfica, que favorecen la formación de las maclas para activar nuevos sistemas de deslizamiento y, como consecuencia, una fuerte textura de deformación. La presencia de textura de deformación es responsable de una fuerte anisotropía de las propiedades de los materiales. Aunado a esta, la anisotropía morfológica debida a la estructura de grano hexagonal, las aleaciones de titanio también exhiben una anisotropía de conductividad eléctrica perceptible. La textura producida por el trabajado de los especímenes laminados en frío 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, lo cual sugiere que las condiciones de recocido fueron suficientes para ocasionar una recristalización de la estructura cristalina.

Inicialmente se realizaron cien mediciones del TEP, las cuales fueron tomadas en la superficie normal a la dirección del laminado (A & C) y en el lado normal a la dirección transversal (B & C) como lo ilustra la Figura 3.1, de los tres especímenes de Ti-6Al-4V, los cuales fueron obtenidos por laminado en frío unidireccional con diferentes grados de deformación. 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 el anexo B, en el que se ilustran las clases y las frecuencias de las mediciones ya calibradas.

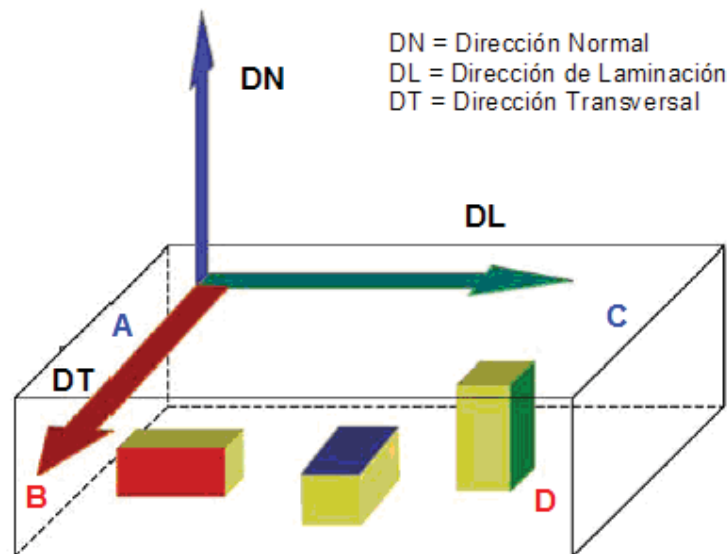


Figura 3.1 Arreglo geométrico del espécimen y del sistema cartesiano de coordenadas para las mediciones del PTE.

3.2.1. 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 laminados en frío y recocidos se ilustran en las Figuras 3.2, como histogramas de distribución de probabilidad para la dirección normal DN (A&C) y la dirección transversal DT (B&D); los valores promedio se encuentran en la Tabla 3.1. La descripción detallada de la realización de dichos histogramas se muestra en el anexo B.

Por ejemplo, para el espécimen con espesor de 1.6 mm laminado en frío, el PTE medido en la dirección DN (A&C) fue de $-4.677 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$, el cual es significativamente más alto que la magnitud del potencial termoeléctrico en la dirección DT (B&D), cuyo valor fue de $-5.546 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$. La diferencia relativa entre ambos valores es $\approx 17.00 \%$ y la desviación estándar fue de 0.0927, 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 al valor en la dirección DN (A&C) con un valor de $-4.725 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ y la dirección DT (B&D) con valor de $-4.750 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$, obteniendo una diferencia relativa de $\approx 0.53 \%$ y la desviación estándar mayor fue de 0.1222, lo cual indica que las condiciones de recocido fueron suficientes para provocar un reacondo estructural y la disminución de la anisotropía.

Tabla 3.1 PTE de los especímenes de Ti-6Al-4V con diferentes espesores medidos con la punta de Au.

Espesor en [mm]	PTE en la dirección DN (A&C) [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$]	PTE en la dirección DT (B&D) [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$]	Promedio entre el PTE	Diferencia entre el PTE	Diferencia relativa entre el PTE [%]	Desviación estándar
Especímenes laminados en frío						
1.6	-4.677	-5.546	5.1115	0.869	17.00	0.0927
3.2	-4.671	-5.462	5.0665	0.791	15.60	0.1140
6.4	-4.816	-5.503	5.1595	0.687	13.30	0.1111
Especímenes con tratamiento de recocido						
1.6	-4.725	-4.750	4.7375	0.025	0.53	0.1222
3.2	-4.738	-4.912	4.825	0.174	3.61	0.1160
6.4	-4.848	-4.721	4.7845	0.127	2.656	0.1239

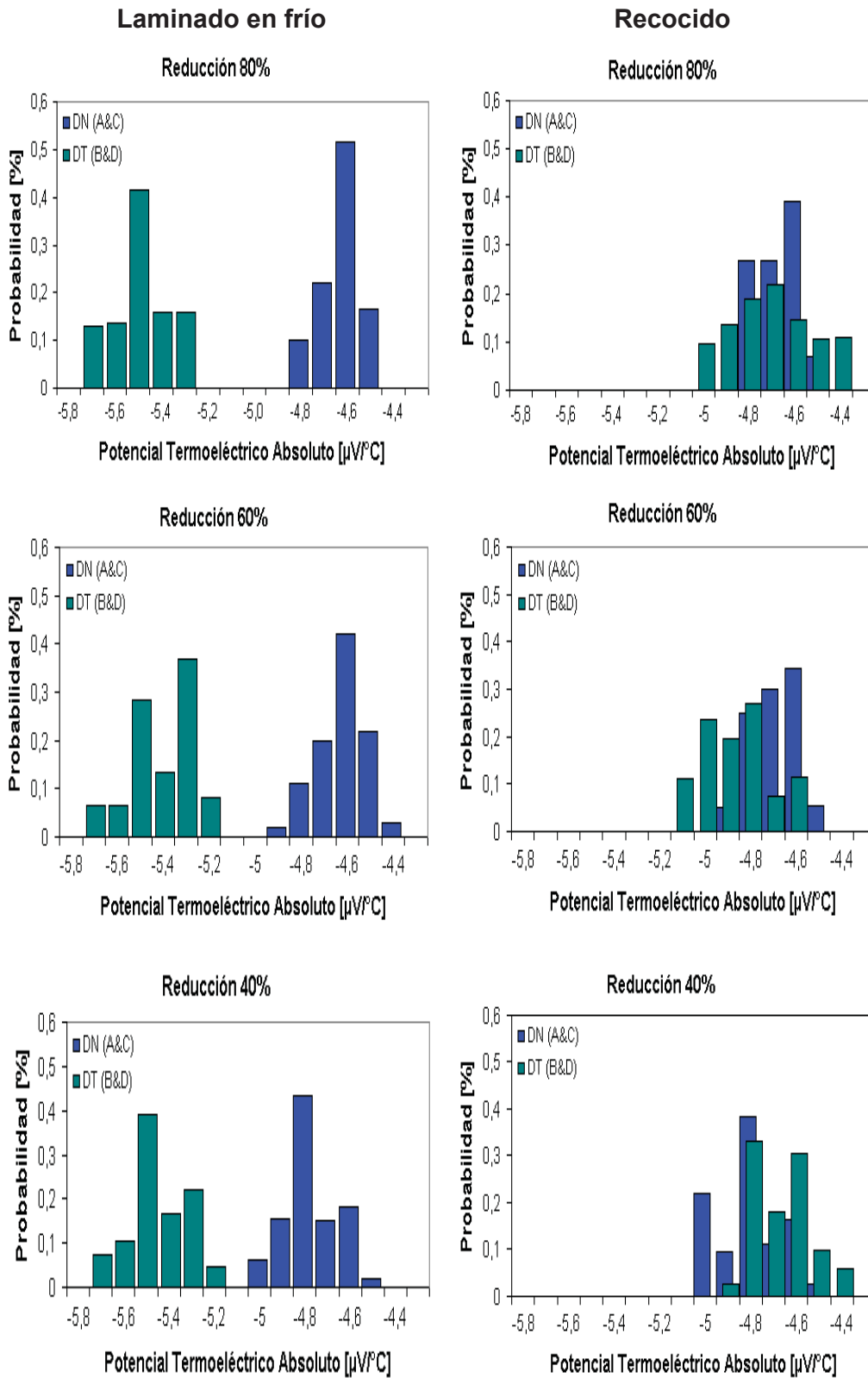


Figura 3.2 Evaluación termoeléctrica de la textura usando la punta de Au en especímenes de Ti-6Al-4V de 1.6, 3.2 y 6.4 mm de espesor.

En la Tabla 3.1 y en los histogramas de la Figura 3.2, se encuentran, de manera resumida, los promedios de las mediciones del PTE para los especímenes con los diferentes espesores, en la cual, se puede apreciar, que cuando las mediciones del PTE son realizadas en los especímenes laminados en frío, la diferencia del PTE en las direcciones DN (A&C) y transversal DT (B&D) son muy significativas, lo cual sugiere la presencia de una textura en el material laminado en frío, reflejado en anisotropía de las propiedades. Por otro lado, se puede apreciar que cuando los especímenes son recocidos, se provoca una recristalización de los granos alargados con orientación preferencial, 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 textura por medio de la recuperación y recristalización logrando la isotropía en las propiedades de los especímenes.

3.2.2. Resultados obtenidos con la punta de Cu

En la Tabla 3.2 se ilustra un resumen de las mediciones del potencial termoeléctrico para los tres especímenes medidos con la punta caliente de cobre laminados en frío y recocidos. A partir de esta Tabla 3.2, se observa que igual que para la punta de oro, las diferencias del potencial termoeléctrico con respecto a las direcciones en los especímenes laminados en frío, son pequeñas, lo cual indica que existe la presencia de textura. También, se observa claramente la desaparición la diferencia del potencial termoeléctrico con respecto a la dirección en los especímenes recocidos lo cual indica una disminución de textura y una anisotropía menos significativa, como ya se mencionó por la recuperación y recristalización de los granos alargados en direcciones preferenciales (textura).

Tabla 3.2 Resumen de las mediciones del potencial termoeléctrico para los especímenes medidos con la punta de Cu laminados en frío y recocidos.

Espesor en [mm]	PTE en la dirección DN (A&C) [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$]	PTE en la dirección DT (B&D) [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$]	Promedio entre el PTE	Diferencia entre el PTE	Diferencia relativa entre el PTE [%]	Desviación estándar
Especímenes laminados en frío						
1.6	-5.507	-6.360	5.9335	0.853	14.37	0.1197
3.2	-5.458	-6.249	5.8535	0.791	13.50	0.1286
6.4	-5.580	-6.259	5.9195	0.679	11.47	0.1267
Especímenes con tratamiento de recocido						
1.6	-5.487	-5.508	5.4975	0.021	0.39	0.1502
3.2	-5.492	-5.635	5.5635	0.143	2.57	0.1301
6.4	-5.622	-5.600	5.6110	0.022	0.41	0.1469

Los resultados de la Tabla 3.2 se observan de manera más clara en los histogramas que se ilustran en la Figura 3.3. Los cuales son de las tres diferentes reducciones en espesor de los especímenes laminados en frío (con textura) y recocidos (sin textura) medidos con la punta de Cu.

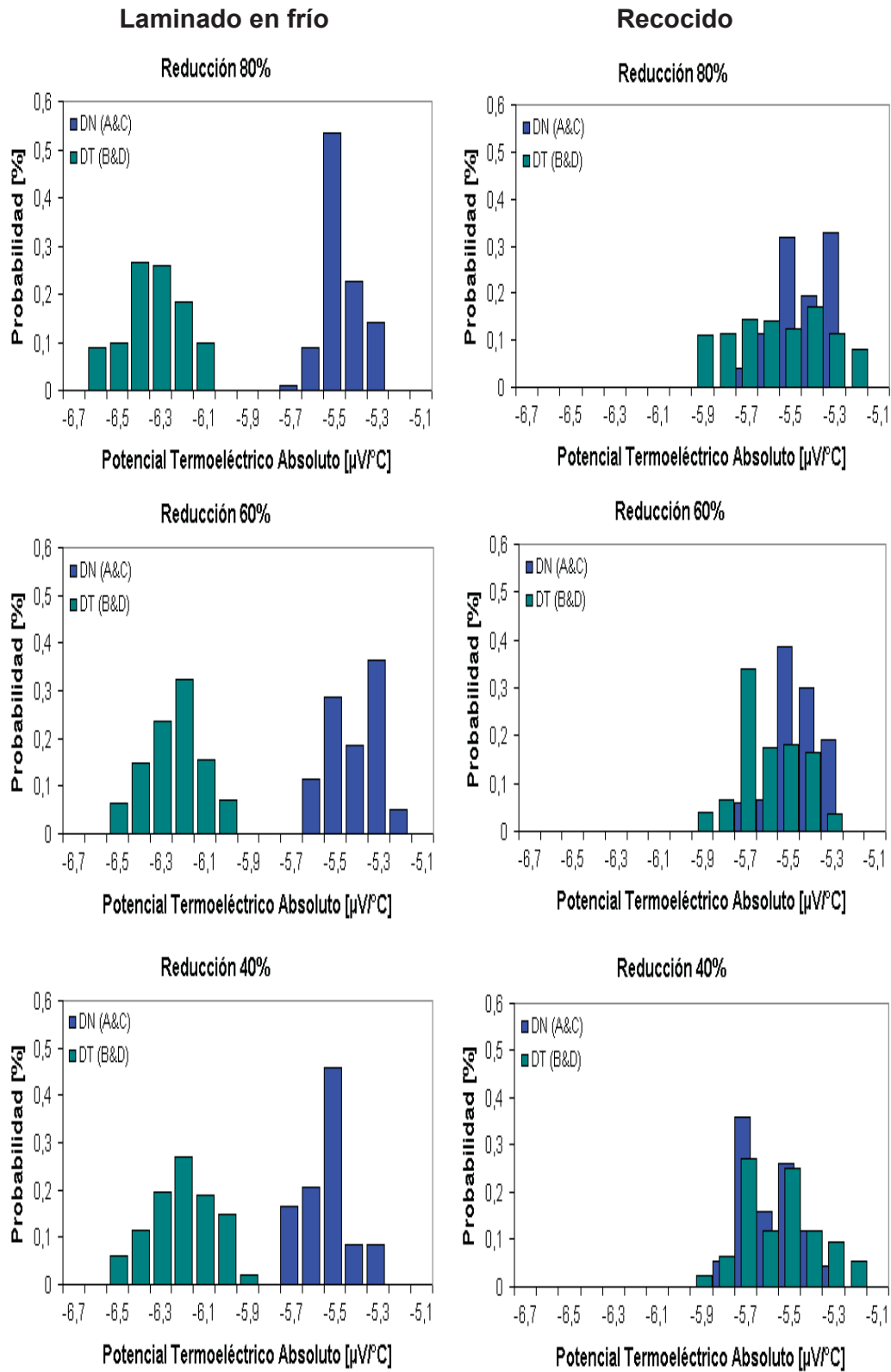


Figura 3.3 Evaluación termoelectrica de la textura usando la punta de Cu en especimenes de Ti-6Al-4V de 1.6, 3.2 y 6.4 mm de espesor.

3.2.3. Diferencia relativa del PTE en la punta de Au y Cu

La diferencia relativa en las mediciones del PTE para la dirección normal DN (A&C) y la dirección transversal DT (B&D) en los especímenes de Ti-6Al-4V con diferentes grados de deformación de espesor por el laminado en frío (con textura) y después del recocido (sin textura) se ilustra en la Figura 3.4. Para el laminado en frío (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 (laminado en frío) desaparecieron. Además, se puede apreciar que las diferencias relativas para las dos puntas son similares tanto en el laminado en frío como en el recocido pero mayores para la punta de oro lo que nos indica su mayor sensibilidad a la presencia de textura.

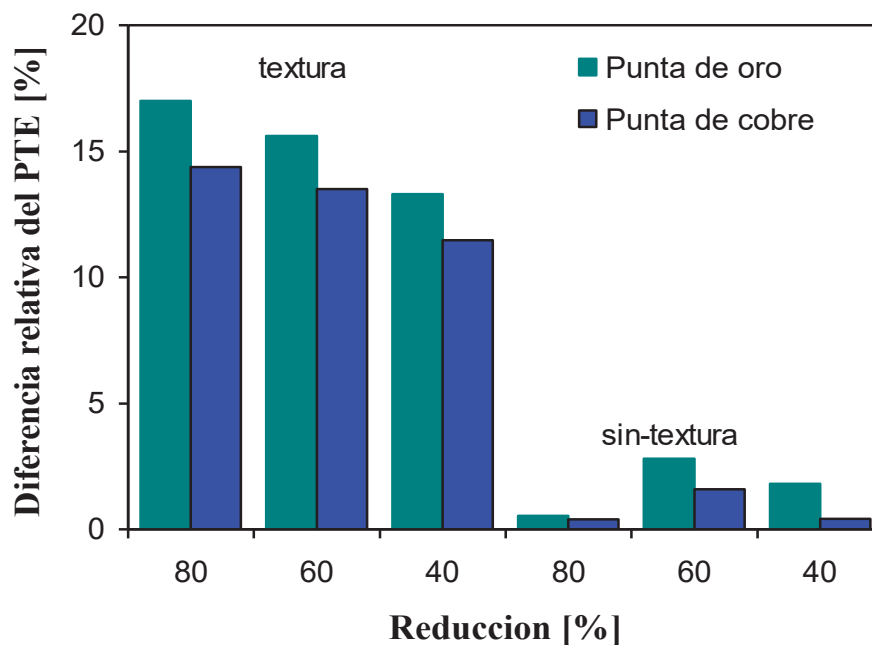


Figura 3.4 Diferencia relativa en las mediciones del PTE en los especímenes de Ti-6Al-4V con diferentes grados de deformación, en laminado en frío (con textura) y después del tratamiento térmico de recocido (sin textura).

De las mediciones de potencial termoeléctrico se generaron las siguientes fórmulas para obtener el grado de textura, en numero de veces al azar, de los diferentes grados de deformación para los especímenes laminados en frío y recocidos.

Para el laminado en frío con punta de oro tenemos:

$$\text{Textura} = 12.92 \times \text{diferencia entre PTE}$$

Tabla 3.3 Valores de textura obtenidos de la formula para especímenes laminados en frío.

Reducción en espesor [%]	Textura [veces al azar]	Constante	Diferencia entre PTE
80	8.48	12.92	0.869
60	6.39	12.92	0.791
40	4.19	12.92	0.687

Para el recocido con punta de oro tenemos:

$$\text{Textura} = 0.019 \times \text{promedio entre PTE}$$

Tabla 3.4 Valores de textura obtenidos de la formula para especímenes recocidos.

Reducción en espesor [%]	Textura [veces al azar]	Constante	Promedio entre PTE
80	2.02	0.019	4.7375
60	2.13	0.019	4.8250
40	2.08	0.019	4.7845

Para las mediciones con la punta de cobre:

Laminado en frío $\text{Textura} = 13.13 \times \text{diferencia entre PTE}$

Recocido $\text{Textura} = 0.0121 \times \text{promedio entre PTE}$

3.3. Velocidad ultrasónica

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 laminados en frío fueron elegidas para coincidir con las direcciones de polarización de las ondas de corte lenta y rápida a 0° y 90° respectivamente. Las mediciones del tiempo de propagación de ondas de corte realizadas a 0° y 90° en los tres especímenes de Ti-6Al-4V laminados y recocidos, se ilustran en la Tabla 3.5. Y para una mejor apreciación de la diferencia relativa en los modos rápido y lento se muestran en el gráfico de barras de la Figura 3.5, y sus datos en la Tabla 3.6, para los tres especímenes laminados en frío y recocidos respectivamente.

Tabla 3.5 Tiempos de propagación de onda para especímenes laminados en frío y recocidos.

Espesor [mm]	Tiempo modo Lento (90°) [μs]	Tiempo modo Rápido (0°) [μs]	Diferencia	Diferencia relativa [%]
Especímenes laminados en frío				
1.6	1.071	1.017	0.054	5.17
3.2	2.087	2.013	0.074	3.61
6.4	3.947	3.891	0.056	1.43
Especímenes con tratamiento de recocido				
1.6	3.925	3.878	0.047	1.20
3.2	3.925	3.886	0.039	1.00
6.4	3.926	3.889	0.037	0.94

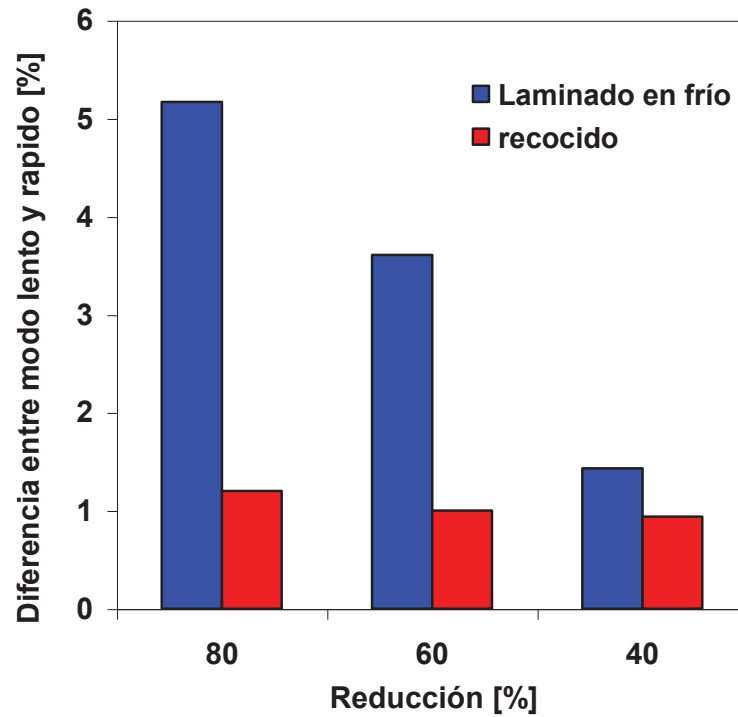


Figura 3.5 Mediciones de la onda de corte debido al fenómeno de birrefringencia en la dirección de laminado de los especímenes.

Tabla 3.6 Diferencia relativa de tiempos de propagación en los especímenes laminados y recocidos.

Espesor [mm]	Diferencia relativa de especímenes laminados [%]	Diferencia relativa de especímenes recocidos [%]
1.6	5.17	1.20
3.2	3.61	1.00
6.4	1.43	0.94

La remarcable textura producida por el laminado en frío en los especímenes de Ti-6Al-4V con diferentes grados de deformación (1.6, 3.2 y 6.4 mm) aumenta con el aumento de la deformación y fue disminuida con el tratamiento térmico de recocido realizado a dichos especímenes obteniendo que las diferencias de tiempos de propagación de las ondas de corte se minimizarán en un 1.20% para el espécimen con espesor de 1.6mm, 1.00% para el espécimen con espesor de 3.2mm y de 0.94% para el espécimen con espesor de 6.4mm, esto fue comprobado utilizando la técnica de ultrasonido, lo cual sugiere que las condiciones de recocido fueron suficientes para ocasionar un reacomodo de la estructura cristalina (recuperación y recristalización).

3.4. Microscopia óptica

Para demostrar que las mediciones del TEP realizadas en los especímenes de Ti-6Al-4V laminados en frío fueron debidas a la presencia de una remarcable textura y la anisotropía de las propiedades que se relaciona con la microestructura obtenida. Los especímenes de Ti-6Al-4V laminados en frío fueron sometidos a un tratamiento térmico de recocido. La microestructura de los especímenes de Ti-6Al-4V con los diferentes grados de reducción en espesor, se observan en las imágenes metalográficas que fueron tomadas después de seccionar, pulir y atacar los especímenes para poder revelar la microestructura antes (laminados en frío) y después del recocido, en la dirección normal (Figura 3.6) y la dirección transversal (Figura 3.7) a la dirección de laminado de los especímenes.

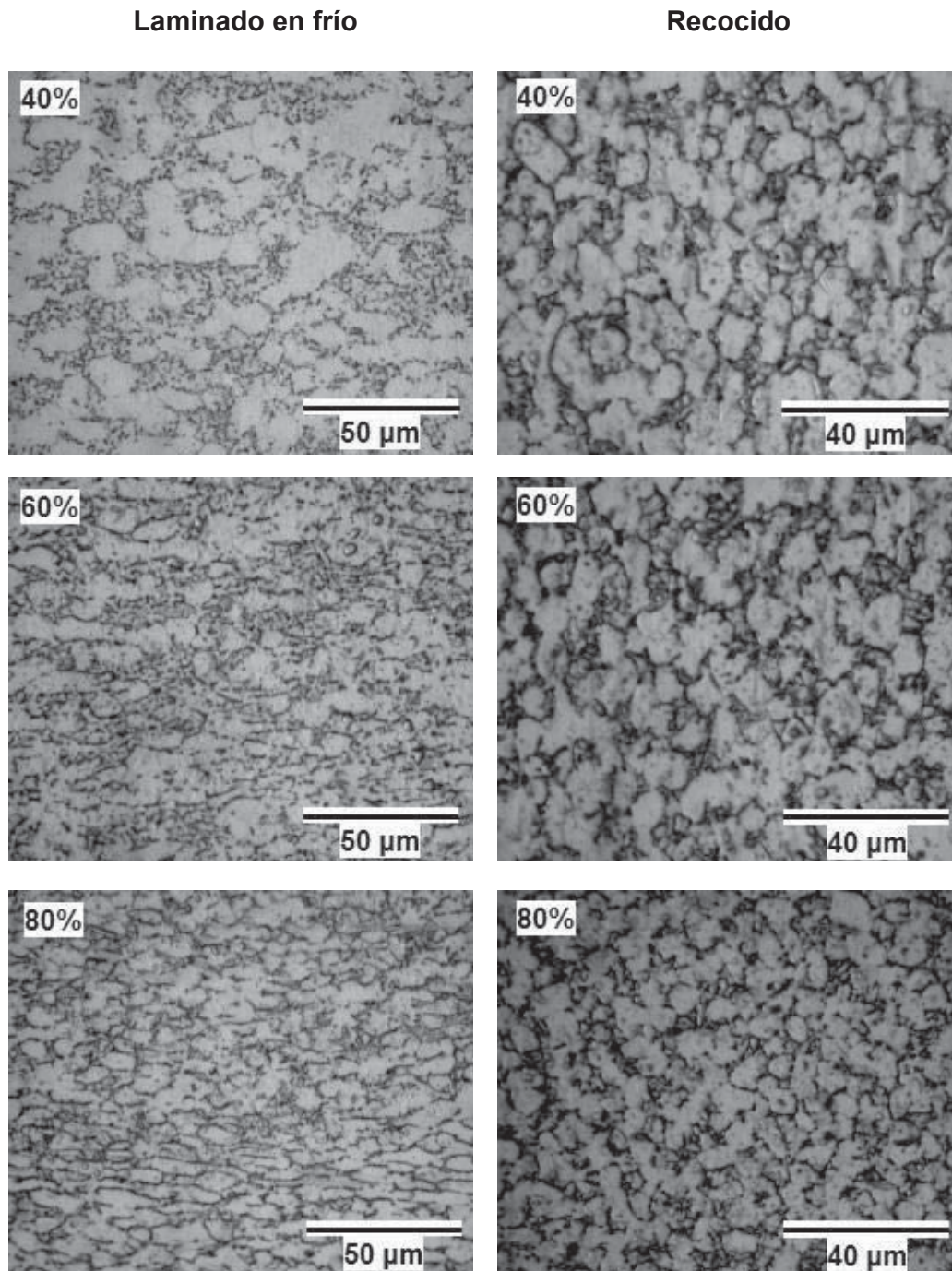


Figura 3.6 Micrografías del Ti-6Al-4V laminados en frío y recocido, con 40, 60 y 80% de reducción de espesor, en la dirección normal (DN) a la dirección de laminación de los especímenes a 500x.

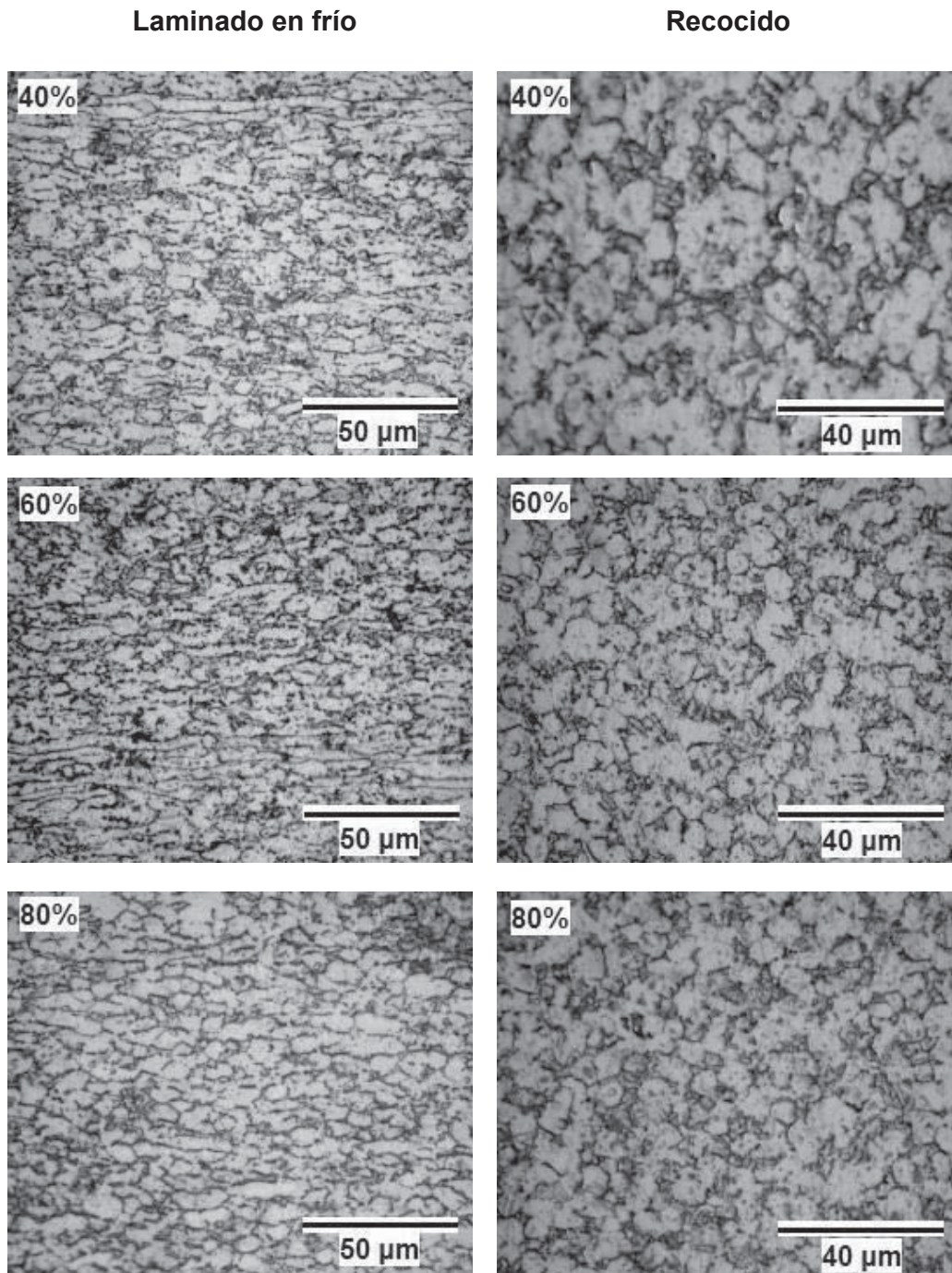


Figura 3.7 Micrografías del Ti-6Al-4V laminados en frío y recocido, con 40, 60 y 80% de reducción de espesor, en la dirección transversal (DT) a la dirección de laminación de los especímenes a 500x.

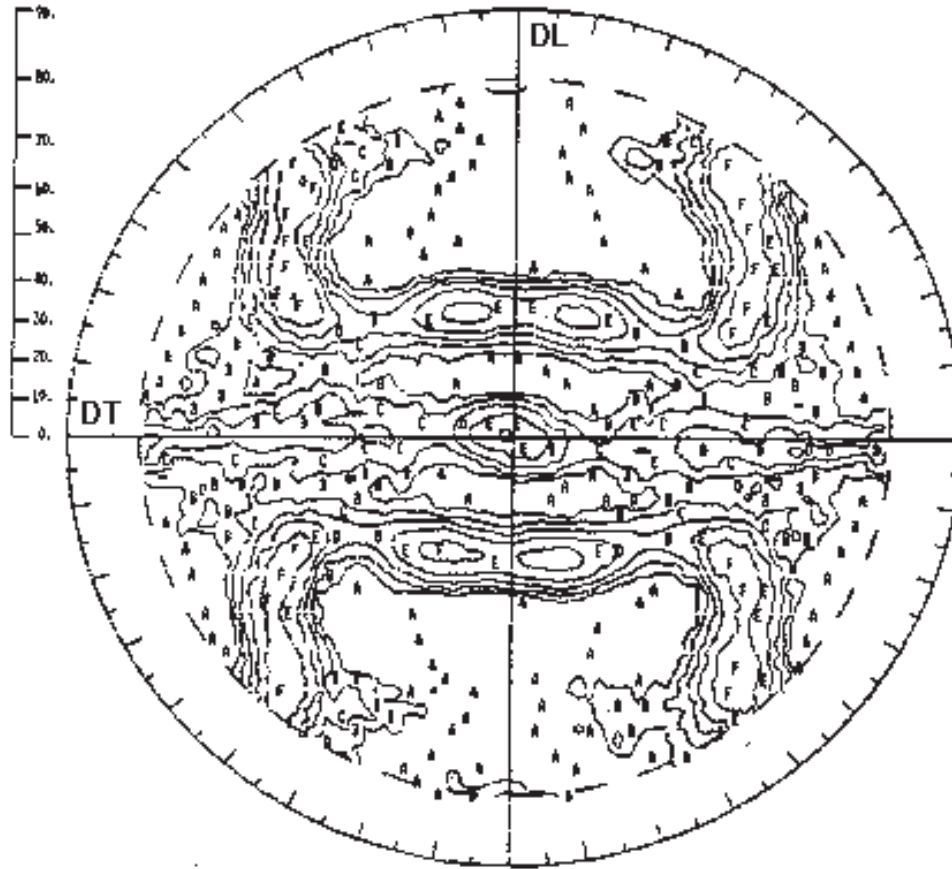
La microestructura de los especímenes con el laminado en frío, claramente exponen en la dirección normal (DN) a lo largo del lado (A&C) y en la dirección transversal (DT) a lo largo del lado (B&D), la presencia de granos alargados (Figuras 3.6 y 3.7 laminado en frío) lo que, en la mayoría de las veces, indica una orientación preferencial de los granos (textura), principalmente en materiales con estructura HCP en la dirección transversal (DT) ya que esta estructura cuenta con un número limitado de sistemas de deslizamiento y por tanto, estos granos tienden a girar (orientación preferencial) para acomodar la deformación por maclado y deslizamiento debida al proceso de laminado frío, la estructura queda tensionada internamente debido al esfuerzo provocado, lo que ocasiona una disminución en su ductilidad y de resistencia a la corrosión, así como una anisotropía en las propiedades.

El material al ser deformado plásticamente por el laminado en frío, genera textura y anisotropía de las propiedades debidas a la formación de muchos defectos en la red cristalina (dislocaciones, vacancias, átomos intersticiales, fallas de apilamiento y límites de maclas) que sirven como mecanismos para el almacenamiento de energía. Para eliminar estos efectos el tratamiento térmico de recocido o revelado de esfuerzos se aplica eliminando la anisotropía de propiedades debidas a la textura ya que en el material se lleva a cabo la recuperación: cuando al calentar la aleación laminada en frío la energía almacenada se libera al alcanzar la temperatura suficiente para permitir que se efectúen los procesos de relajación y se genere la recristalización de los granos: que es la nucleación de nuevos granos, sin la deformación, que crecen y consumen la matriz trabajada en frío, formándose una estructura de grano relativamente equiaxiada sin orientación preferencial (al azar) como se muestra en las Figuras 3.6 y 3.7 con tratamiento térmico de recocido.

3.5. Figuras de polo

Por último, se muestran los resultados de textura, obtenidos a través de las mediciones de difracción de rayos X de los especímenes con la deformación por el laminado en frío y después del recocido. Los resultados de textura son presentados en forma de figuras de polo (0002) para los especímenes con 80% de reducción en espesor.

Para el espécimen laminado en frío con 80% de reducción es posible ver las curvas de nivel, que sobre la dirección de laminado los polos tienen una mínima textura en las zonas (A) en los extremos de la figura de polo, que va de intensidades de 0.00 a 0.24 veces superiores a las del azar, y en la dirección transversal. Como es de esperarse para un espécimen laminado en frío la textura es mayor que para la dirección del laminado teniéndose zonas con diferentes intensidades que van desde 0.50 a 1.00 en los extremos de la figura de polo en (C) hasta de 4.01 a 8.00 veces superiores a las de la orientación al azar, además se puede apreciar la presencia de textura ya que se tienen nueve zonas (F) con intensidades de 4.01 a 8.00 veces superiores a las de la orientación al azar, una muy pequeña que parece un círculo, casi en el centro de la figura de polo, cuatro zonas cercanas al centro de la figura y a la línea de la dirección de laminación y las otras cuatro más cercanas a los extremos de la circunferencia entre las direcciones transversal y de laminación y una zona donde los polos alcanzan las intensidades mayores de hasta 8.48 veces superior a las del material con orientación al azar (Figura 3.8).



x orientación al azar

A (0.00 – 0.24)

B (0.25 – 0.49)

C (0.50 – 1.00)

D (1.01 – 2.00)

x orientación al azar

E (2.01 – 4.00)

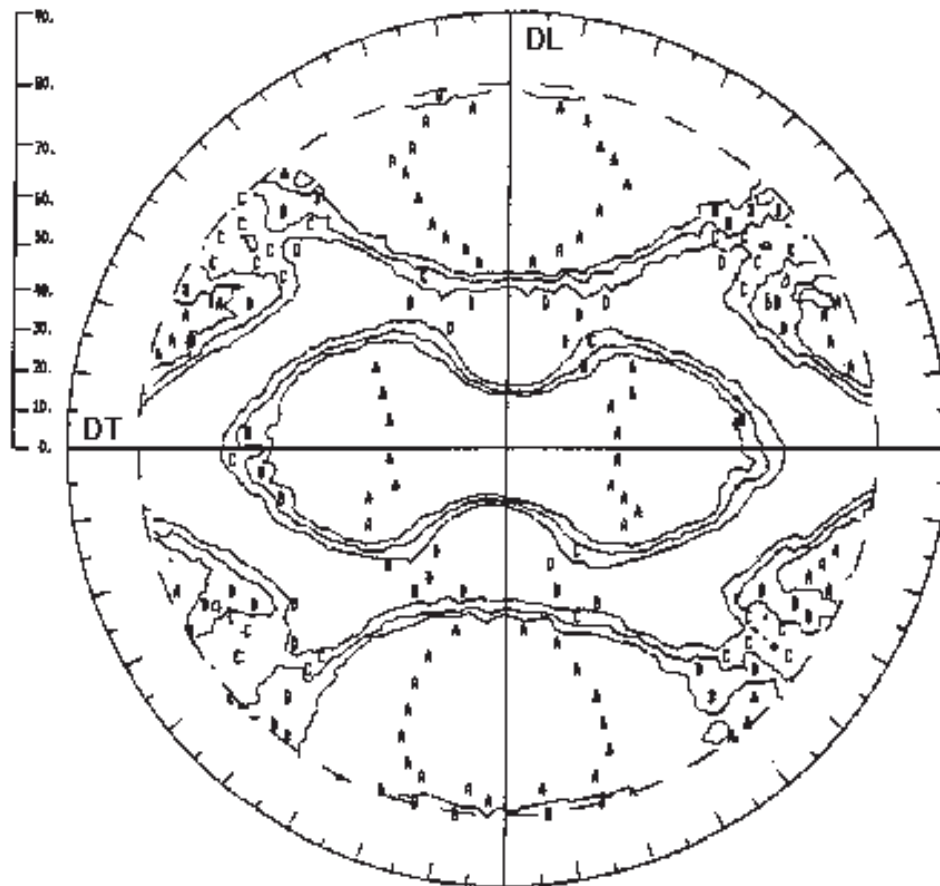
F (4.01 – 8.00)

G (8.01 – 16.00)

Figura 3.8 Figura de polo (0002) del espécimen laminado en frío con un 80% de reducción de espesor.

Por otro lado, en el espécimen con el tratamiento térmico de recocido, se puede apreciar en la figura de polo (0002) una intensidad de los polos más baja, de hasta 2.00 veces superiores a las de la orientación al azar para la gran zona marcada con (D), que se encuentra de extremo a extremo en la dirección transversal sin tenerla en el centro de la figura y además intensidades tan pequeñas como las que se tienen zonas (A) situadas en los extremos de la dirección de laminado y en el centro de la figura, con intensidades de los polos de 0.00 a 0.24 veces superiores a las de la orientación al azar.

Como en la figura de polo para el laminado en frío, y también para el recocido de los especímenes la textura es mayor en la dirección transversal que en la dirección de laminación, como se puede observar en la Figura 3.9.



x orientación al azar

A (0.00 – 0.24)

B (0.25 – 0.49)

C (0.50 – 1.00)

x orientación al azar

D (1.01 – 2.00)

E (2.01 – 4.00)

Figura 3.9 Figura de polo (0002) del espécimen laminado en frío y con el tratamiento térmico de recocido, con un 80% de reducción de espesor.

La técnica de figuras de polo es una de las principales técnicas utilizadas para determinar la presencia de textura en los materiales, y por esto se empleó para corroborar los resultados obtenidos por las técnicas no destructivas (termoelectricidad y ultrasonido), teniendo una buena concordancia en la presencia y eliminación de la textura del material laminado en frío y con recocido.

CAPITULO 4

CONCLUSIONES

En este capítulo se presentan las conclusiones que se han obtenido del estudio de la textura en la aleación de titanio Ti-6Al-4V laminada en frío y con el tratamiento térmico de recocido, en tres grados de reducción en espesor. Dichas conclusiones son el resultado de la caracterización no destructiva y de la evaluación microestructural previamente realizadas en los especímenes. De acuerdo con los resultados obtenidos en el presente trabajo, se realizaron las siguientes conclusiones:

- ✓ Se obtuvo la calibración del equipo de potencial termoeléctrico para las dos puntas de medición de oro y cobre empleando materiales estándar de coeficientes de potencial termoeléctrico bien definido como son el alumel, chromel y cobre.
- ✓ Por medio de la medición de los tiempos de las velocidades de las ondas de corte ultrasónicas en sus modos puros rápido y lento se obtuvo la dirección de laminación en cada uno de los especímenes con diferente grados de reducción en espesor.
- ✓ Se encontró que el coeficiente del potencial termoeléctrico está asociado directamente con la anisotropía de las propiedades 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 laminado en frío del Ti-6Al-4V.
- ✓ La diferencia relativa entre los tiempos de propagación de las velocidades de onda ultrasónicas en sus modos puros rápido y lento muestran una correlación directa con la presencia de una anisotropía significativa en los especímenes de Ti-6Al-4V laminados en frío con diferentes grados de reducción de espesor y con las mediciones del

potencial termoeléctrico antes y después del tratamiento térmico de 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 potencial termoeléctrico debido a que estas examinan la superficie o la superficie cercana del espécimen, mientras que las mediciones de ultrasonido determinan el promedio de las propiedades del material a lo largo de todo el espesor del espécimen. 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 modos puros rápido y lento.
- ✓ 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 grado de textura inducido por el proceso de manufactura como lo es el laminado en frío en un material metálico buen conductor del calor y la electricidad.
- ✓ Las mediciones termoeléctricas demuestran claramente que el potencial termoeléctrico es una propiedad intrínseca valiosa del material para la evaluación del ordenamiento cristalino (textura). Ya que se observó la correlación en la existencia y desaparición de textura en las figuras de polo, con el ultrasonido y en la microestructura de los especímenes laminados en frío y recocidos.

Con las conclusiones obtenidas y, de acuerdo al objetivo planteado en el presente trabajo, las expectativas de la investigación se cumplieron y la hipótesis planteada se confirmó.

RECOMENDACIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS

Las siguientes son algunas sugerencias para trabajos futuros basadas en las conclusiones y problemas identificados en el curso del presente 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 otra punta de referencia, una buena opción es utilizar una punta de Ni, ya que está es de fácil adquisición en el mercado y observar que tan buenos resultados se obtienen con respecto a las puntas utilizadas en el presente trabajo, de Au y de Cu.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Boyer R., Welsch G., Collings E. W. (1994), *Materials properties handbook: Titanium alloys*, ASM International, Materials Park, OH, p. 311.
2. Froes F. H. (1990), *JOM*, vol. 42-3, p.16.
3. Philippe M.J., Serghat M., Van Houtte, P., Esling, C. (1995), *Acta Metallurgica.*, vol. 43, p. 1619.
4. 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.
5. Kocks U.F., y Chandra H. (1982), *Slip Geometry in Partially Constrained Deformation*, *Acta Metallurgica*, vol. 30, p. 695-709.
6. Mizera J., Driver J.H., Jezierska E., Kurzydłowski (1996), *Materials Science and Engineering A*, vol. 212, p. 94.
7. 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.
8. 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.
9. Fjeldly A., Roven H.J. (1996), *Acta Materialia*, vol. 44, p. 3497.
10. Sálán Ballesteros N. (2005), *Tecnología de Proceso y Transformación de materiales*, Ediciones UPC, ISBN 848301789X, p. 83-90.
11. Bomberger H.B., Froes F.H., Morton P.H. (1985), *Titanium technology: present status and future trends*, Titanium Development Association, p. 3.
12. Ogdome H.R., Gonser B.W. (1956), *Rare Metals Handbook*, C. A. Hempel, Reinhold press New York.
13. McQuillan A.D., McQuillan M.K. (1956), *Titanium*, Academic Press, New York, Butterworths scientific publications, London.
14. Hunter M.A. (1910), *J. American Chemical Society*, vol. 32, p. 330.
15. Castello G.A. (2005), *Effect of Thermo-Mechanical treatment on texture evolution of polycrystalline alpha titanium*. The Florida State University, College of Engineering.
16. Collings E.W. (1994), *The Physical Metallurgy of titanium Alloys*, ASM, Metals Park, Oh.

-
-
17. Reed-Hill R.E. (1992), Physical Metallurgy Principals, PWS-Kent Publishing Company, Boston.
 18. Wood R.A. (1972), Titanium Alloys Handbook, Metals and Ceramics, Information Center, Battelle, Publication No. MCIC-HB-02, December.
 19. Polmear Ii. (1995), Light Alloys-Metallurgy of the Light Metals, John Wiley and Sons, New York.
 20. Joshi V.A. (2006), Titanium alloys: An Atlas of Structures and Fracture Features, Taylor & Francis, p. 59-70.
 21. Dieter G.E. (1986), Mechanical Metallurgy, McGraw-Hill, New York.
 22. Smallman R.E. y, Bishop R. J. (1999), Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering, 6th Edition, Butterworth Heinemann, p.15.
 23. Groves G.W., Kelly A. (1963), Pilosophic Magazine, vol.8, p. 877.
 24. Yoo M.H. (1981), Metallurgical Transactions A, vol.12, p. 409.
 25. Partridge P.G. (1967), Metallurgical Reviews, vol.12, p. 169.
 26. Rosi F.D., Perkins F.C., Seigle L.L. (1956), Transactions of AIME, January, p. 115.
 27. Conrad H. (1981), Prog. Materials Science, vol. 26, p. 123.
 28. Chin G.Y. (1975), Metallurgical Transactions A, vol. 6, p. 238.
 29. Carreon H. (2002), Detection of surface imperfections in metals by a no contacting thermoelectric method. University of Cincinnati. Tesis.
 30. Nagy P.B. (1999), Ultrasonic Nondestructive Evaluation, Department Aerospace Eng. & Eng. Mechanics, p. 1.1- 2.30.
 31. Askeland D.R. y Phulé P.P. (2003), introducción a la ciencia de los materiales, Vol.1, p. 320-400.
 32. Taylor Lyman (1985) Metals Handbook, ASM International, Vol. 2, p. 763-774.
 33. Bunge H.J. (1987), International Metals Review, vol. 32, p.265.
 34. Randle V., Engler O. (2000), Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, microtexture and Orientation Mapping, Gordon and Breach Science Publishers, Vol. 2, p. 144-170.
-
-

-
-
35. Kocks U.F. (1998), *Texture and Anisotropy: Preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties*, Cambridge University Press. U.K., Vol.1, p. 80-122.
 36. Cullity B.D. (2001), *Elements of X-Ray Diffraction*, Prentice-Hall, New Jersey, Vol.1, p. 180-270.
 37. Wang Y.N., Huang J.C. (2003), *Materials Chemistry and Physics*, vol. 81, p. 11.
 38. Guillaume M.J., Beauvais C., Hocheid B. (1981), *Proceedings of ICOTOM 6*, Tokyo, p.975.
 39. Philippe M.J., Beauvais C., Hocheid B. (1984), *Proceedings of ICOTOM 7*, p. 519.
 40. Fulton J.P (1993), *Automated Weld Characterization using the Thermoelectric Method*, Report Nondestructive Evaluation Science Branch NASA, Vol.1, p.18-57.
 41. Mott N.F., y Jones H. (1958), *The Theory of the Properties of Metals and Alloys*, Dover Publications, New York, p.305–314.
 42. Pollock D.D. (1985), *Thermoelectric* ASTM, Philadelphia, PA, p.39–174.
 43. Kasap S.O. (2001), *Thermoelectric Effects in Metals: Thermocouples*, e-Booklet.
 44. Kropschot R.H., y Blatt F.J. (1959), *Thermoelectric Power of Cold-Rolled Pure Copper*, *Journal of Physical Review* 116, p. 617-620.
 45. 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.
 46. 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.
 47. 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.
 48. Carreon H. (2006), *Thermoelectric Nondestructive Texture Characterization in Ti-6Al-4V*. *NDT. & E International* 39, p.433-440.
 49. Zhu Z.S., Liu R.Y., Yan M.G., Cao C.X. (1997), *Journal of Materials Science*, vol. 32, p. 5163.
 50. Heikes R. y Ure R. (1961), *Science and Engineering of Thermoelectricity*, Clarendon Press Co., Capítulos 1, 2 y 10.
-
-

ANEXOS
ANEXO A**EFEECTO SEEBECK**

Éste fenómeno termoeléctrico llamado efecto Seebeck 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. 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 A.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 de la Figura A.1.

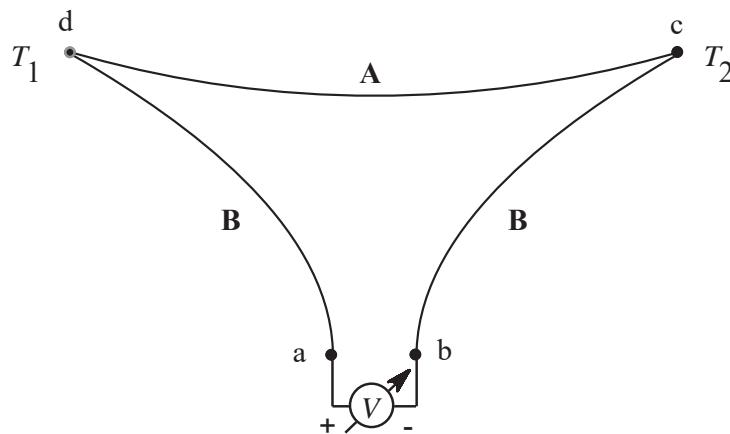


Figura A.1 Diagrama esquemático del efecto Seebeck

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:

$$E = S\Delta T$$

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

$$-\Delta V = S\Delta T \quad \text{o} \quad dV = -SdT$$

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.

ANEXO B**DESCRIPCIÓN DE LA CONSTRUCCIÓN DE HISTOGRAMAS****HISTOGRAMA PARA EL ESPÉCIMEN DE Ti-6Al-4V CON 1.6 mm DE ESPESOR LAMINADO EN FRÍO UTILIZANDO LA PUNTA DE Au**

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

$$y = -15,619x + 33,811$$

A continuación se muestran los datos ya ajustados con dicha ecuación:

MEDICIÓN	DIRECCIÓN		DN	DT	MEDICIÓN	DIRECCIÓN		DN	DT
	DN	DT	CALIBRADA [$\mu\text{V/C}$]			DN	DT	CALIBRADA [$\mu\text{V/C}$]	
1	106	120	-4,62179	-5,51813	1	107	119	-4,68581	-5,4541
2	106	120	-4,62179	-5,51813	2	107	119	-4,68581	-5,4541
3	106	120	-4,62179	-5,51813	3	107	119	-4,68581	-5,4541
4	106	120	-4,62179	-5,51813	4	107	119	-4,68581	-5,4541
5	106	120	-4,62179	-5,51813	5	107	119	-4,68581	-5,4541
6	106	120	-4,62179	-5,51813	6	107	119	-4,68581	-5,4541
7	106	120	-4,62179	-5,51813	7	107	119	-4,68581	-5,4541
8	106	120	-4,62179	-5,51813	8	107	119	-4,68581	-5,4541
9	106	120	-4,62179	-5,51813	9	107	119	-4,68581	-5,4541
10	106	120	-4,62179	-5,51813	10	107	119	-4,68581	-5,4541
11	106	120	-4,62179	-5,51813	11	107	119	-4,68581	-5,4541
12	106	120	-4,62179	-5,51813	12	107	119	-4,68581	-5,4541
13	106	120	-4,62179	-5,51813	13	107	119	-4,68581	-5,4541
14	106	120	-4,62179	-5,51813	14	107	119	-4,68581	-5,4541
15	106	120	-4,62179	-5,51813	15	107	119	-4,68581	-5,4541
16	106	120	-4,62179	-5,51813	16	107	119	-4,68581	-5,4541
17	106	120	-4,62179	-5,51813	17	107	119	-4,68581	-5,4541
18	106	120	-4,62179	-5,51813	18	107	119	-4,68581	-5,4541
19	106	120	-4,62179	-5,51813	19	107	119	-4,68581	-5,4541
20	107	120	-4,68581	-5,51813	20	107	119	-4,68581	-5,4541
21	107	120	-4,68581	-5,51813	21	107	118	-4,68581	-5,39008
22	107	120	-4,68581	-5,51813	22	107	118	-4,68581	-5,39008
23	107	120	-4,68581	-5,51813	23	107	118	-4,68581	-5,39008
24	107	120	-4,68581	-5,51813	24	107	118	-4,68581	-5,39008
25	107	122	-4,68581	-5,64618	25	107	118	-4,68581	-5,39008
26	107	122	-4,68581	-5,64618	26	107	118	-4,68581	-5,39008
27	107	122	-4,68581	-5,64618	27	107	118	-4,68581	-5,39008

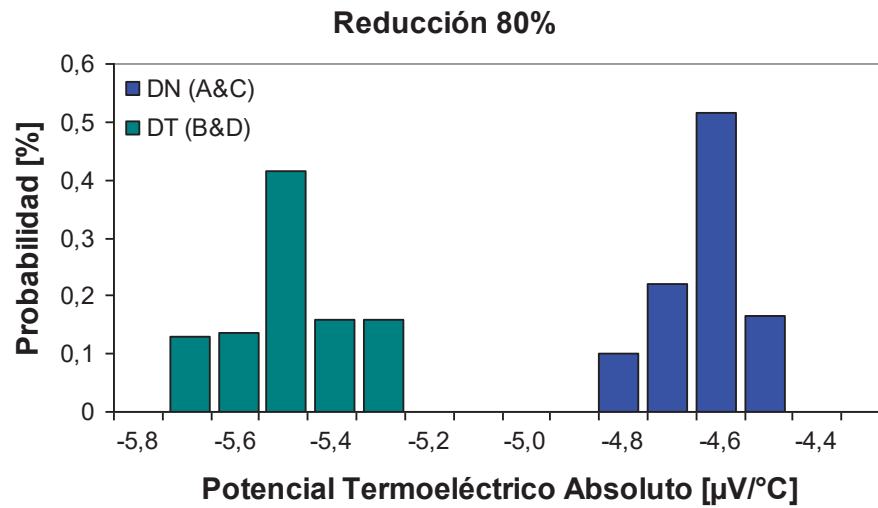
28	107	122	-4,68581	-5,64618	28	107	118	-4,68581	-5,39008
29	107	122	-4,68581	-5,64618	29	107	118	-4,68581	-5,39008
30	107	122	-4,68581	-5,64618	30	107	118	-4,68581	-5,39008
31	107	122	-4,68581	-5,64618	31	107	118	-4,68581	-5,39008
32	107	122	-4,68581	-5,64618	32	106	118	-4,62179	-5,39008
33	107	122	-4,68581	-5,64618	33	106	118	-4,62179	-5,39008
34	107	122	-4,68581	-5,64618	34	106	118	-4,62179	-5,39008
35	107	122	-4,68581	-5,64618	35	106	118	-4,62179	-5,39008
36	107	122	-4,68581	-5,64618	36	106	118	-4,62179	-5,39008
37	107	122	-4,68581	-5,64618	37	106	118	-4,62179	-5,39008
38	107	122	-4,68581	-5,64618	38	106	118	-4,62179	-5,39008
39	107	121	-4,68581	-5,58215	39	106	118	-4,62179	-5,39008
40	107	121	-4,68581	-5,58215	40	106	121	-4,62179	-5,58215
41	107	121	-4,68581	-5,58215	41	106	121	-4,62179	-5,58215
42	107	121	-4,68581	-5,58215	42	106	121	-4,62179	-5,58215
43	107	121	-4,68581	-5,58215	43	106	121	-4,62179	-5,58215
44	110	121	-4,87788	-5,58215	44	106	121	-4,62179	-5,58215
45	110	121	-4,87788	-5,58215	45	106	121	-4,62179	-5,58215
46	110	121	-4,87788	-5,58215	46	106	121	-4,62179	-5,58215
47	109	121	-4,81386	-5,58215	47	106	121	-4,62179	-5,58215
48	109	121	-4,81386	-5,58215	48	106	121	-4,62179	-5,58215
49	109	121	-4,81386	-5,58215	49	106	121	-4,62179	-5,58215
50	109	121	-4,81386	-5,58215	50	106	121	-4,62179	-5,58215
51	109	121	-4,81386	-5,58215	51	106	121	-4,62179	-5,58215
52	109	121	-4,81386	-5,58215	52	106	121	-4,62179	-5,58215
53	109	121	-4,81386	-5,58215	53	106	121	-4,62179	-5,58215
54	109	121	-4,81386	-5,58215	54	106	121	-4,62179	-5,58215
55	109	121	-4,81386	-5,58215	55	106	121	-4,62179	-5,58215
56	109	121	-4,81386	-5,58215	56	106	121	-4,62179	-5,58215
57	109	121	-4,81386	-5,58215	57	106	121	-4,62179	-5,58215
58	109	121	-4,81386	-5,58215	58	106	121	-4,62179	-5,58215
59	109	121	-4,81386	-5,58215	59	106	122	-4,62179	-5,64618
60	109	121	-4,81386	-5,58215	60	106	122	-4,62179	-5,64618
61	109	121	-4,81386	-5,58215	61	108	122	-4,74984	-5,64618
62	108	121	-4,74983	-5,58215	62	108	122	-4,74984	-5,64618
63	108	118	-4,74983	-5,39008	63	108	122	-4,74984	-5,64618
64	108	118	-4,74983	-5,39008	64	108	122	-4,74984	-5,64618
65	108	118	-4,74983	-5,39008	65	108	122	-4,74984	-5,64618
66	108	118	-4,74983	-5,39008	66	108	122	-4,74984	-5,64618
67	108	118	-4,74983	-5,39008	67	108	122	-4,74984	-5,64618
68	108	118	-4,74983	-5,39008	68	108	122	-4,74984	-5,64618
69	108	118	-4,74983	-5,39008	69	108	122	-4,74984	-5,64618
70	108	118	-4,74983	-5,39008	70	108	122	-4,74984	-5,64618
71	108	118	-4,74983	-5,39008	71	108	122	-4,74984	-5,64618
72	108	118	-4,74983	-5,39008	72	108	120	-4,74984	-5,51813
73	108	118	-4,74983	-5,39008	73	108	120	-4,74984	-5,51813
74	108	118	-4,74983	-5,39008	74	108	120	-4,74984	-5,51813
75	108	118	-4,74983	-5,39008	75	108	120	-4,74984	-5,51813

76	108	123	-4,74983	-5,7102	76	108	120	-4,74984	-5,51813
77	108	123	-4,74983	-5,7102	77	108	120	-4,74984	-5,51813
78	108	123	-4,74983	-5,7102	78	108	120	-4,74984	-5,51813
79	108	123	-4,74983	-5,7102	79	108	120	-4,74984	-5,51813
80	108	123	-4,74983	-5,7102	80	108	120	-4,74984	-5,51813
81	108	123	-4,74983	-5,7102	81	108	120	-4,74984	-5,51813
82	108	123	-4,74983	-5,7102	82	109	120	-4,81386	-5,51813
83	108	123	-4,74983	-5,7102	83	109	120	-4,81386	-5,51813
84	108	123	-4,74983	-5,7102	84	105	120	-4,55777	-5,51813
85	105	123	-4,55777	-5,7102	85	105	120	-4,55777	-5,51813
86	105	119	-4,55777	-5,4541	86	105	120	-4,55777	-5,51813
87	105	119	-4,55777	-5,4541	87	105	120	-4,55777	-5,51813
88	105	119	-4,55777	-5,4541	88	105	123	-4,55777	-5,7102
89	105	119	-4,55777	-5,4541	89	105	123	-4,55777	-5,7102
90	105	119	-4,55777	-5,4541	90	105	123	-4,55777	-5,7102
91	105	119	-4,55777	-5,4541	91	105	123	-4,55777	-5,7102
92	105	119	-4,55777	-5,4541	92	105	123	-4,55777	-5,7102
93	105	119	-4,55777	-5,4541	93	105	123	-4,55777	-5,7102
94	105	119	-4,55777	-5,4541	94	105	123	-4,55777	-5,7102
95	105	119	-4,55777	-5,4541	95	105	123	-4,55777	-5,7102
96	105	119	-4,55777	-5,4541	96	105	123	-4,55777	-5,7102
97	105	119	-4,55777	-5,4541	97	105	124	-4,55777	-5,77423
98	105	124	-4,55777	-5,77423	98	105	124	-4,55777	-5,77423
99	105	124	-4,55777	-5,77423	99	105	124	-4,55777	-5,77423
100	105	124	-4,55777	-5,77423	100	105	124	-4,55777	-5,77423

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:

	DN	DT		DN	DT
Clase	Frecuencia	Frecuencia	Clase	Frecuencia	Frecuencia
-5,9	0	0	-5	0	0
-5,8	0	0	-4,9	0	0
-5,7	0	0,13	-4,8	0,1	0
-5,6	0	0,135	-4,7	0,22	0
-5,5	0	0,415	-4,6	0,515	0
-5,4	0	0,16	-4,5	0,165	0
-5,3	0	0,16	-4,4	0	0
-5,2	0	0	-4,3	0	0
-5,1	0	0			

Histograma para el espécimen de Ti-6Al-4V con 1.6 mm de espesor laminado en frío utilizando la punta de Au.





Facultad de Metalurgia U.A de C.
Universidad de Texas, Dallas

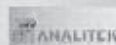


MEMORIA

VII CONGRESO NACIONAL
II
CONGRESO INTERNACIONAL
METALURGIA Y MATERIALES

*Unidad de Seminarios de la U A de C
1-3 de Octubre del 2008, Monclova, Coahuila*

ISBN 968-7487-43-7



Estudio de la Textura de una Aleación de Titanio por Medio de Mediciones del Potencial Termoeléctrico.

Gildardo Guerrero¹, Héctor Carrón¹, Roberto León¹, Anacleto Sánchez¹
¹ Instituto de Investigaciones Metalúrgicas UMSNH
Edif. "U" C.U. 38000-888 Morelia, Michoacán, México.
E-Mail: hcarroni@zeus.umsnh.mx

Resumen

Debido al proceso de fabricación, la aleación de Ti-6Al-4V exhibe una textura muy fuerte causada por la orientación cristalográfica preferencial en la microestructura policristalina. Esta orientación cristalográfica produce un comportamiento anisotrópico en el material, por lo tanto las propiedades en la dirección normal son diferentes a la dirección de rodado. Además de esta anisotropía morfológica, la aleación de Ti-6Al-4V también exhibe una anisotropía termoeléctrica considerable, teniendo esto en cuenta se llevó a cabo el estudio para investigar el efecto de la anisotropía termoeléctrica en las mediciones de potencial termoeléctrico en un espécimen de Ti-6Al-4V altamente texturizado, utilizando la técnica termoeléctrica de contacto (Efecto Seebeck). La aleación que se estudio presenta 3 grados de deformación que son: 40%, 60% y 80% de reducción de espesor, a estas muestras se les aplico un tratamiento térmico de recocido a 760 °C por 2 h, enfriándolas lentamente. Los resultados muestran la dependencia del potencial termoeléctrico asociado con la textura y la estructura de grano macroscópica, demostrando claramente la sensibilidad intrínseca de la técnica termoeléctrica de contacto. La presencia de textura detectada se corrobora con el ensayo no destructivo de ultrasonido, mediante el fenómeno de birrefringencia, y además con la realización de figuras de polo, para las muestras trabajadas en frío y con el tratamiento térmico, observando la presencia y eliminación de textura después del recocido.

Abstract

Due to the process of production, the alloy of Ti-6Al-4V exhibits a pronounce texture caused by the preferential crystallographic orientation in the polycrystalline microstructure. This crystallographic orientation produces an anisotropic behavior in the material; therefore the properties in the normal direction are different to the rolling direction. Besides this morphological anisotropy, the Ti-6Al-4V alloy also exhibits a considerable thermoelectric anisotropy, keeping this in mind we carried out the study to investigate the effect of the thermoelectric anisotropy in the measurements of thermoelectric potential in a specimen of Ti-6Al-4V highly textured, using the contact thermoelectric technique (Effect Seebeck). The alloy presents three grades of plastic deformation (cold-rolled), 40%, 60% and 80% of reduction in thickness respectively. The titanium samples were annealed to 760 °C by 2 h, cooling them slowly. The results show the dependence of the thermoelectric potential associated with the texture and the macroscopic grain structure, demonstrating the intrinsic sensitivity of the contact thermoelectric technique. The presence of texture was corroborated with the non destructive technique of ultrasound, by means of the birefringence phenomenon and also with the realization of pole figures. It was found that texture disappeared after annealing.

L- Introducción

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 termoelectrico (PTE). Lasseigne et. al [1] 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 [2] demostraron una sensibilidad intrínseca de la técnica termoelectrica 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 [3] realizaron mediciones del potencial termoelectrico para evaluar el análisis microestructural en soldaduras de acero HSLA y la fracción en volumen de austenita retenido en aceros TRIP. Kawaguchi et. al [4] demostraron que el PTE del acero duplex inoxidable aumenta con el tiempo de envejecimiento y fueron encontradas buenas correlaciones entre el PTE y la dureza. Carabajar [5] uso el PTE para investigar la evolución de la precipitación en un rolado en caliente de Ti adicionado en una hoja de acero intersticialmente libre (IF) durante diferentes tratamientos de aleación. Recientemente, Carreon [6] investigó el efecto de la anisotropía termoelectrica en las mediciones del potencial termoelectrico 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 termoelectrico 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 sensibilidad intrínseca del PTE es una herramienta muy útil que puede ser utilizada para caracterización de materiales.

La finalidad de este trabajo es establecer una correlación entre las mediciones del PTE con la evolución de la microestructura, en términos de textura, en la aleación Ti-6Al-4V que ha pasado por un proceso termomecánico como el trabajado en frío. El trabajado en frío introduce textura en el material y produce un cambio en la morfología de los granos. Para alcanzar este objetivo, se aplicó la técnica termoelectrica a especímenes laminados en frío altamente texturizados de la aleación Ti-6Al-4V, los cuales pasaron por una laminación unidireccional con diferentes grados de deformación (80%, 60% y 40% de reducción de espesor).

Técnica termoelectrica.

La técnica termoelectrica está basada en el efecto Seebeck la cual es comúnmente utilizada en termopares para medir la temperatura en la unión entre dos diferentes conductores. La Fig.1 muestra el diagrama esquemático de las mediciones termoelectricas realizadas en la caracterización no destructiva de materiales. Uno de los electrodos de referencia es calentado por medio de electricidad hasta una temperatura predeterminada T_1 ,

mientras que el otro electrodo es dejado a temperatura ambiente T_c . Por lo que, el voltaje termoeléctrico medido va a estar dado por

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

Donde T es la temperatura, y S_S y S_R denotan el PTE absoluto del espécimen y el electrodo de referencia, respectivamente. Cualquier variación en las propiedades de los materiales puede afectar el voltaje termoeléctrico medido vía $S_{SR} = S_S - S_R$, el cual es el PTE relativo del espécimen a ser analizado con respecto al electrodo de referencia.

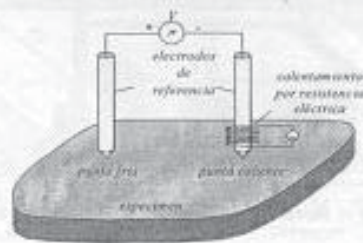


Figura 1.- Diagrama esquemático de las mediciones del potencial termoeléctrico (PTE) dentro del campo de caracterización de materiales por medio de ensayos no destructivos

II.- Desarrollo experimental.

En esta investigación se usaron especímenes de la aleación Ti-6Al-4V. El material fue provisto por Titanium Industries, Inc. en forma de laminas (3 piezas) en condiciones de laminado en frío, con dimensiones de 300mm de largo, 300mm de ancho y tres diferentes reducciones de espesor 80%, 60% y 40% respectivamente (figura 2). Los materiales con estructura cristalina hexagonal, 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. La evolución de la textura de la aleación Ti-6Al-4V laminada en frío se estudio con las reducciones antes mencionadas.

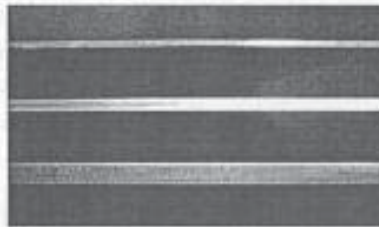


Figura 2.- Aleación de Ti-6Al-4V laminadas en frío con 80%, 60% y 40% - de deformación plástica.

Los tres especímenes fueron cortados en un equipo de maquinado por descarga eléctrica, resultando las tres muestras con las que se trabajó, con dimensiones de $45\text{mm} \times 45\text{mm} \times 1.6\text{mm}$, $45\text{mm} \times 45\text{mm} \times 3.2\text{mm}$ y $45\text{mm} \times 45\text{mm} \times 6.4\text{mm}$ respectivamente, las cuales serán usadas en la caracterización no destructiva de textura. Cada uno de estos tres especímenes fue preparado en 1.6mm, 3.2mm y 6.4mm de sección de espesor, con las superficies paralelas al plano tal que el ángulo entre la dirección de laminado (RD) y la superficie normal (PD) del espécimen fue a 0° y 90° respectivamente como se muestra en la figura siguiente.

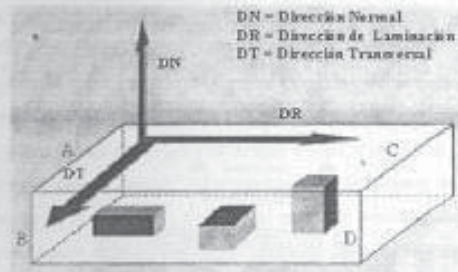


Figura 3.- Arreglo del espécimen y el sistema cartesiano de coordenadas usado en las mediciones del PTE.

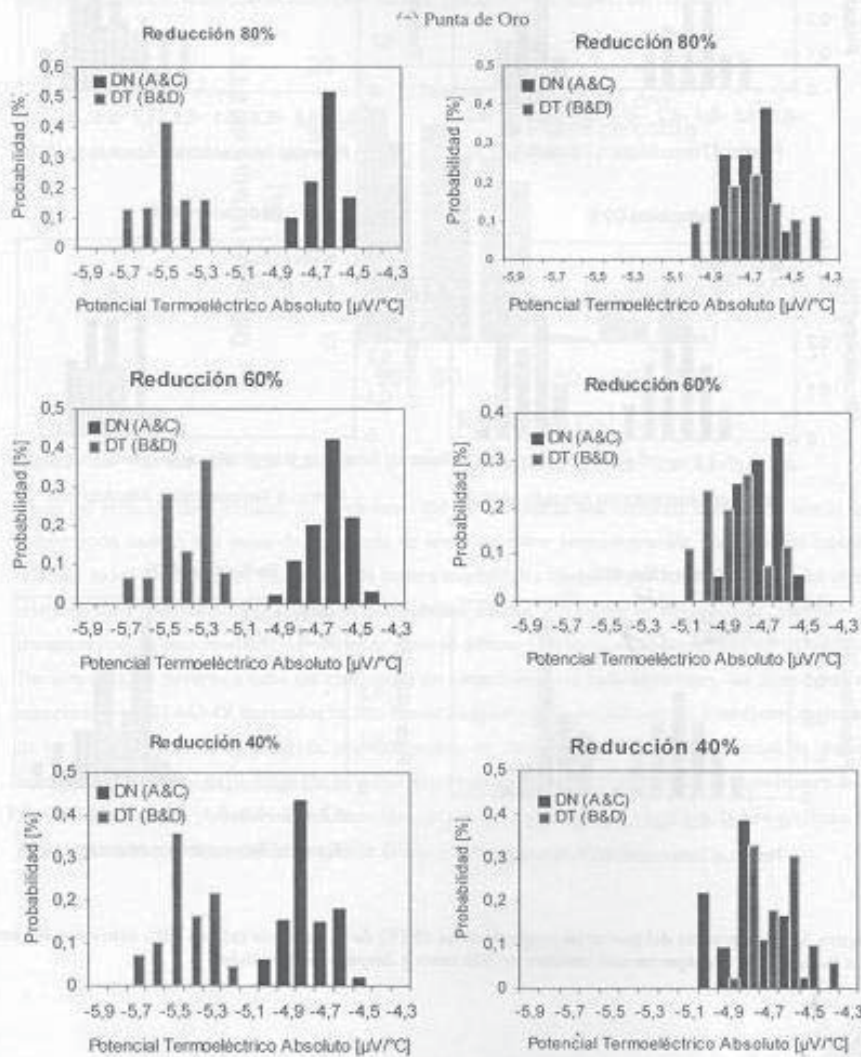
Con la finalidad de establecer la presencia y el grado de textura en los tres especímenes de Ti-6Al-4V (1.6mm, 3.2mm y 6.4mm) debido al trabajado en frío, se llevaron a cabo mediciones de ultrasonido para cada espécimen. El principal efecto de la textura inducida en la velocidad de las ondas ultrasónicas, es el de disminuirlas en una dirección y hacerlas más rápidas en otra debido al fenómeno de birrefringencia. Este fenómeno indica la refracción de la onda ultrasónica propagada en una dirección dada en dos ondas con una diferencia muy pequeña en la velocidad (ondas rápidas y lentas de corte) y ortogonalmente polarizadas de manera mutua. Posteriormente, el potencial termoeléctrico de cada espécimen fue medido con un ThermoSorter by Walker Scientific, Inc. Este instrumento es un medidor termoeléctrico de aleaciones usado en pruebas no destructivas, 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. La operación ATS-6044T esta basada en el principio termoeléctrico del 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. En nuestro caso, una punta caliente de cobre (punta de prueba estándar), y una punta caliente de oro fueron usadas para medir el potencial termoeléctrico de los especímenes de Ti-6Al-4V. Las 2 puntas de prueba se colocan en el espécimen de Ti-6Al-4V, y un circuito eléctrico fue completado y la señal fue generada. Después esta señal fue procesada para obtener una lectura máxima, la cual fue mostrada en μV en una pantalla digital. La lectura es representativa de la microestructura cristalina del espécimen debida a la anisotropía termoeléctrica.

A fin de obtener una descripción completa de la textura, se determinaron experimentalmente las denominadas figuras de polo analizando las orientaciones cristalinas, para las figuras de polo (0002) de la fase α de los especímenes laminados en frío. Estas fueron medidas por el método de reflexión hasta 80° usando radiación $\text{K}\alpha$

de cobre. Cabe mencionar que se realizó esta caracterización en los especímenes con de 1.6mm de espesor antes y después del recocido.

III.- Análisis y discusión resultados

Las mediciones hechas con las puntas de Au y Cu sobre los especímenes de la aleación Ti-6Al-4V a los espesores de 1.6, 3.2 y 6.4 mm se muestran en la siguiente parte como histogramas de distribución de probabilidad para la dirección normal RN (A&C) y la dirección transversal PT (B&D), para la aleación laminada en frío (Izquierdo) y después recocida (Derecho).



(b) Punta de Cobre

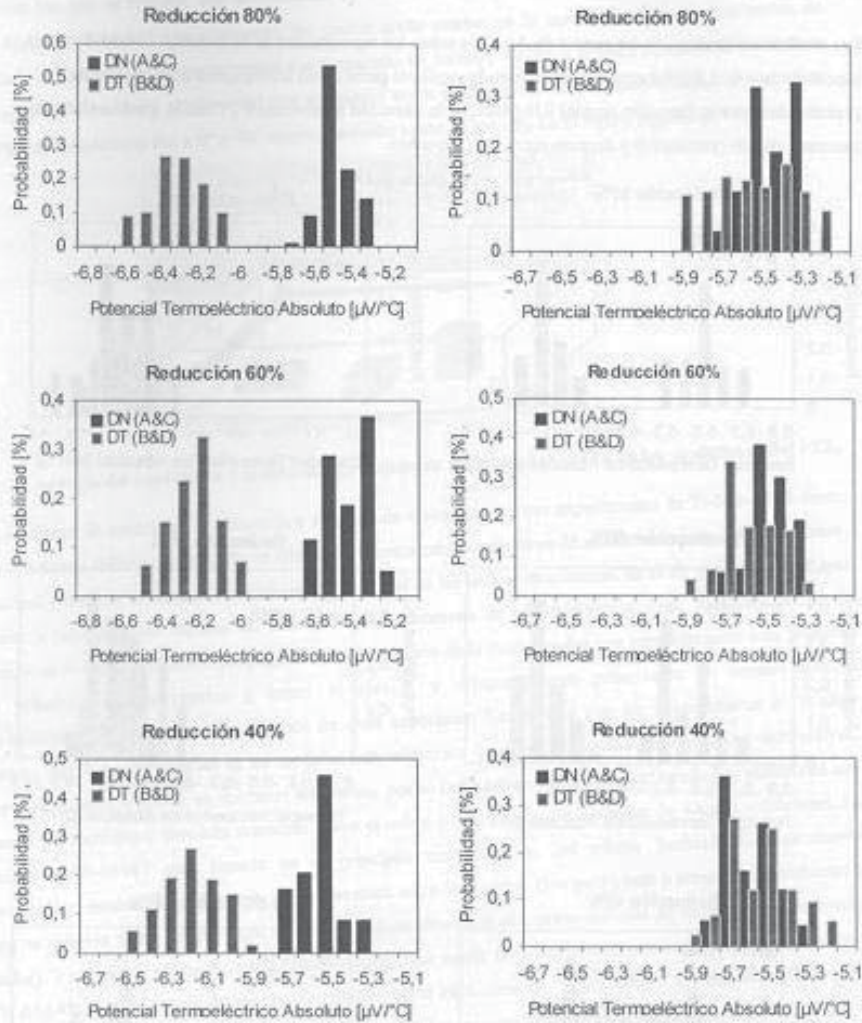


Figura 3.- Histogramas del potencial termoelectrico (PTE) de la punta de (a) oro y (b) cobre con respecto a la direccion en los especimenes lamidos en frio antes y despues del recocido.

Se observa en los resultados de los histogramas de las puntas de oro y cobre la diferencia del potencial termoelectrico con respecto a la dirección en los especímenes laminados en frío lo cual indica que existe la presencia de textura. También se observa claramente la desaparición del potencial termoelectrico con respecto a la dirección en los especímenes recocidos lo cual indica una disminución de textura y una anisotropía menos significativa. De forma condensada se muestra en la figura 4 la diferencia relativa en las mediciones del PTE para la dirección normal RN (A&C) y la dirección transversal PT (B&D) en los especímenes de Ti-6Al-4V con diferentes grados de deformación antes (con textura) y después (sin textura) del recocido.

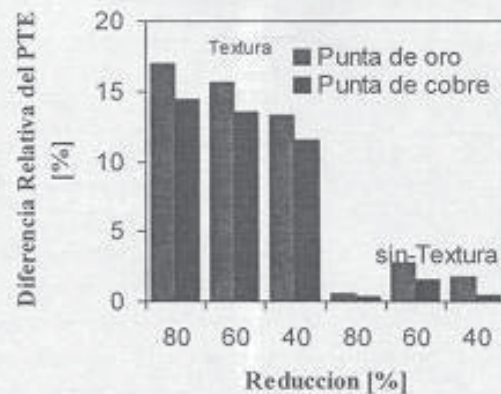


Figura 4.- Diferencia relativa del potencial termoelectrico entre la punta de Au y Cu.

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. Por otro lado, se llevaron a cabo las mediciones de ultrasonido para cada espécimen, las direcciones de los 3 especímenes de Ti-6Al-4V laminados 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 laminados en frío y posteriormente recocidos, las cuales se muestran en el gráfico de barras (figura 5) como diferencia relativa de tiempo de propagación de ondas de corte lenta y rápida.

Tabla 1.- Tiempos de propagación de onda para especímenes laminados en frío.

Reducción de Espesor [%]	Tiempo de propagación [μ s] 90°	Tiempo de propagación [μ s] 0°	Diferencia	Diferencia relativa
			[μ s]	[%]
80	1,071	1,017	0,054	5,17
60	2,087	2,013	0,074	3,61
40	3,947	3,891	0,056	1,43

Tabla 2.- Tiempo de propagación de onda para especímenes recocidos.

Reducción de Espesor [%]	Tiempo de propagación [μ s] 90°	Tiempo de propagación [μ s] 0°	Diferencia	Diferencia relativa
			[μ s]	[%]
80	3,925	3,878	0,047	1,20
60	3,925	3,886	0,039	1,00
40	3,926	3,889	0,037	0,94

La remarcable textura producida por el trabajado en frío en los especímenes de la aleación 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 0.94% para el espécimen con espesor de 6.4mm como se muestra en la figura 5, eso fue comprobado utilizando la técnica de ultrasonido, lo cual sugiere que las condiciones de recocido fueron suficientes para ocasionar un acomodamiento de la estructura cristalina.

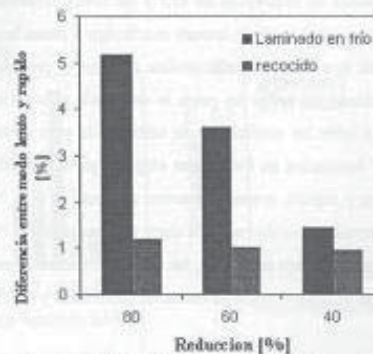


Figura 5.- Mediciones de la onda de corte debido al fenómeno de birrefringencia en la dirección de normal a la de dirección de laminado.

Para demostrar que las mediciones del TEP realizadas en los especímenes de Ti-6Al-4V laminados en frío fueron debidas a la presencia de una remarcable anisotropía macroscópica, los especímenes de Ti-6Al-4V

laminados en frío fueron sometidos a un tratamiento térmico (recocido). La microestructura de los especímenes de Ti-6Al-4V se muestra en la figura 6 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 en las direcciones normal y transversal a la dirección de laminado.

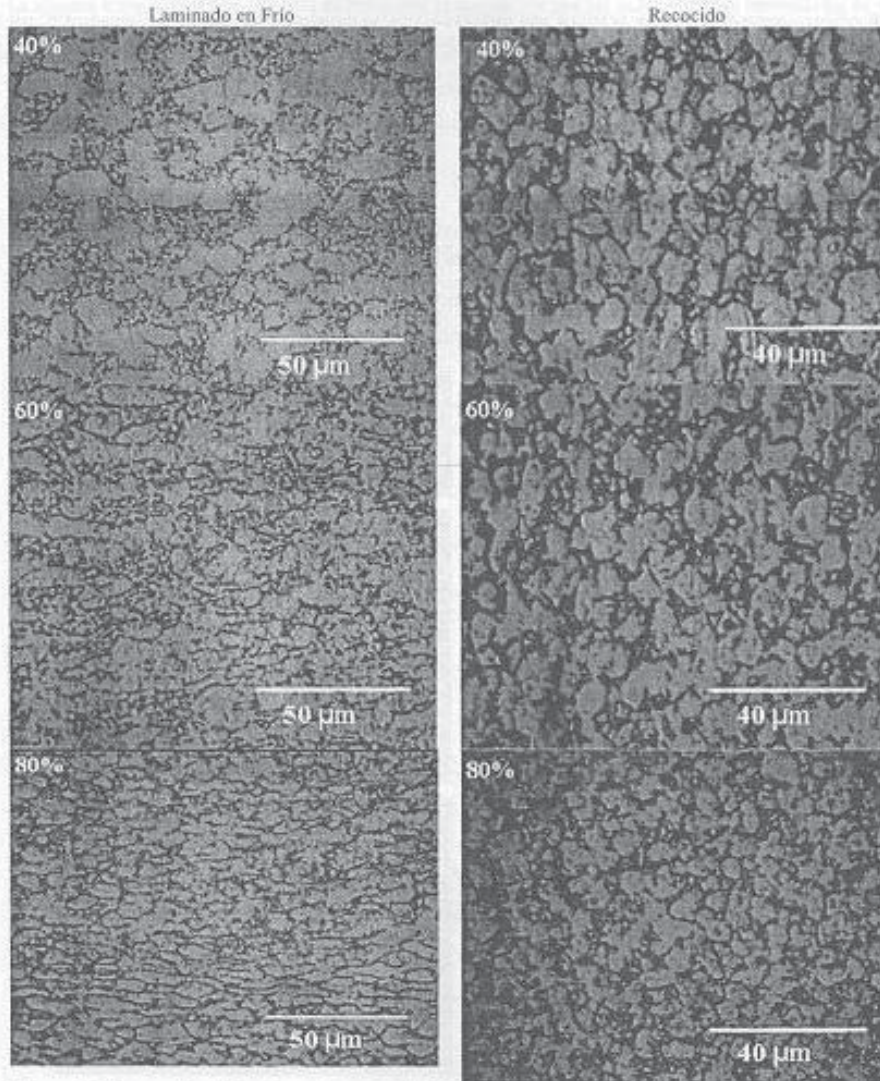


Figura 6.- Micrografías de la dirección normal (DN) a la laminación de especímenes laminados en frío y recocidos, con 40%, 60% y 80% de reducción.

La microestructura antes del recocido claramente expone la dirección transversal (DT) a lo largo de los lados (A&C), en la cual la orientación preferencial de los granos elongados es revelada, esto debido a que durante el proceso de laminado 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 un reacondicionamiento atómico para disminuir su tensión, en muchos casos se aplica el recocido o revelado de esfuerzos. Como se muestra en la Figura 7, en la que se observa una estructura de grano relativamente equiaxial y al azar sin orientación preferencial y una condición de dos fases después del recocido.

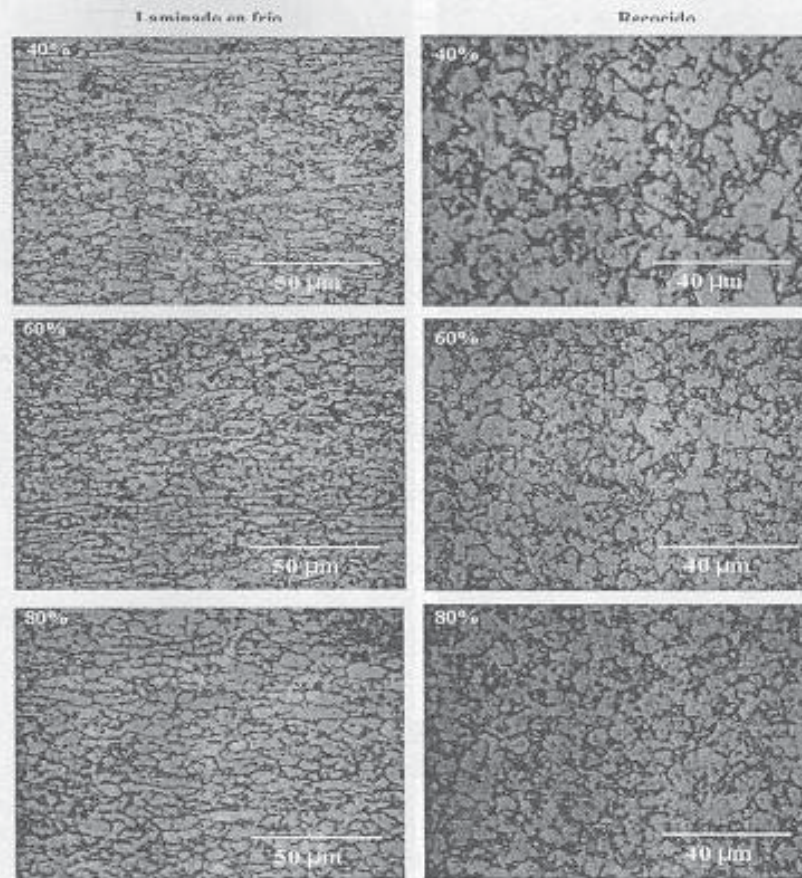


Figura 7.- Micrografías de la dirección transversal (DT) a la laminación de especímenes laminado s en frío y recocidos, con 40%, 60% y 80% de reducción.

Los resultados de textura, obtenidos a través de mediciones de Rayos X, de las microestructuras resultantes de la deformación en frío y después de recocido. Los resultados de textura son presentados en forma de figuras de polo (0002), se mostrarán sólo resultados de los especímenes con 80% de reducción en espesor.

La muestra trabajada en frío con 80% de reducción es posible ver que los polos alcanzan intensidades de 4 a 8 veces superior del que un material al azar. La forma de los círculos alrededor del centro y en el centro de figura de polo disminuye en radio llegando a ser en el centro casi un punto (figura 8).

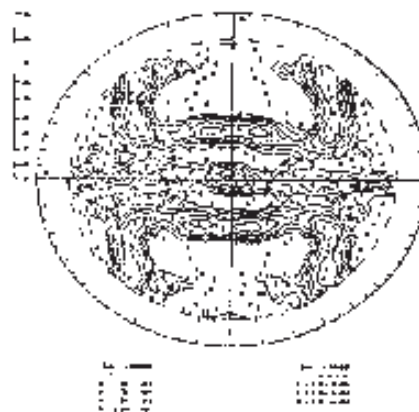


Figura 8.- Figura de polo (0002) espécimen laminado en frío con un 80% de reducción.

Por otro lado, la muestra recocida muestra una intensidad baja de hasta 2 veces al azar de los polos localizados al centro y hacia la dirección transversal de la figura (0002), como se puede observar en la figura 9.

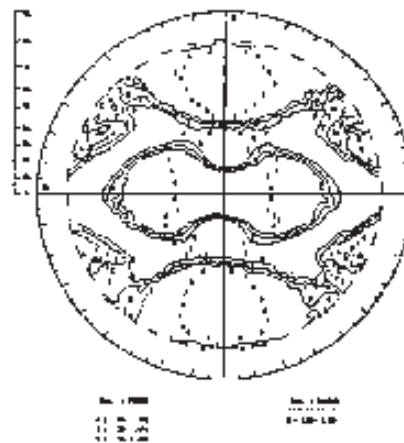


Figura 9.- Figura de polo (0002) espécimen laminado en frío, después del recocido con un 80% de reducción.

IV.- Conclusiones

El potencial termoeléctrico fue usado para investigar la evolución de textura en especímenes de la aleación Ti-6Al-4V laminados en frío con diferentes grados de deformación antes y después del recocido. Se encontró que el coeficiente del potencial termoeléctrico está asociado directamente con la anisotropía y la microestructura en un material altamente texturizado que presenta textura morfológica y cristalográfica. Además, la diferencia relativa entre las velocidades lenta y rápida de las ondas de ultrasonido muestran una correlación directa con la presencia de una anisotropía significativa en los especímenes de Ti-6Al-4V con diferentes grados de deformación y con las mediciones del potencial termoeléctrico antes y después del recocido. Los resultados también indican que la sensibilidad del método de contacto termoeléctrico puede ser incrementada usando una punta de referencia de oro caliente como electrodo para detectar el grado de textura en un material altamente texturizado. Las mediciones termoeléctricas demuestran claramente que el TEP es una propiedad intrínseca valiosa del material para la evaluación microestructural. Se observó claramente la existencia y desaparición de textura en las figuras de polo para las muestras laminadas en frío y con recocido.

Agradecimientos:

Los autores agradecen a PROMEP por el apoyo otorgado por medio del proyecto UMSNH-CA-140 en la realización de este trabajo de investigación.

Referencias

1. A.N. Lasseigne, D.L. Olson, Th. Boellinghaus, V.I. Kaydanov. *Metallurgical and Materials Transactions* 36A (2005), 3031-3039.
2. P.B. Nagy, and J. Hu. *Applied Physics Letters* 73 (1998), 467-469.
3. Y.D. Park, V.I. Kaydanov, B. Mishra, and D.L. Olson. *Quantitative NDE*, Vol. 24 AIP 2005) 1308-1315.
4. H. Kawaguchi, and S. Yamanaka. *Journal of Nondestructive Evaluation* 23 (2004), 65-76.
5. S. Carabajar, J. Merlin, V. Massardier, and S. Chabanet. *Materials Science and Engineering A* 281 (2000), 132-142.
6. H. Carreon. *NDT. & E International* 39 (2006), 433-440.
7. A.J. Vydehi. *Titanium Alloys; An Atlas of Structures and Fracture Features*. Taylor & Francis Group (2006)