



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLAS DE HIDALGO**



**INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALURGICAS**

**“ESTUDIO DEL POTENCIAL TERMOELÉCTRICO
EN Ti-6Al-4V Y ACERO INOXIDABLE 316 LVM
MODIFICADOS SUPERFICIALMENTE”**

Que para obtener el grado de:

Maestro en Metalurgia y Ciencia de los Materiales

Presenta:

José Manuel Tapia Sánchez

Asesor:

Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas

Ph. D. en Metalurgia

Morelia, Michoacán, México; Febrero de 2014.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco al **Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT)** por dos años de apoyo económico para realizar este trabajo de investigación y poder obtener el grado de Maestro en Metalurgia y Ciencia de los Materiales.

Agradezco a la **Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (UMSNH)** por abrir sus puertas y brindarme la oportunidad de superarme profesionalmente y personalmente.

Agradezco al **Instituto de Investigaciones Metalúrgicas (IIM)** por todo el conocimiento aprendido durante la estancia en la maestría para desarrollar esta investigación, y por encontrar muchas amistades que fueron parte importante para mi desarrollo profesional y personal.

Agradezco muy especialmente a mi asesor Dr. Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas por brindarme su amistad y su invaluable apoyo, motivación, confianza y conocimientos durante la realización de este trabajo de investigación, gracias.

Agradezco a mi comité tutorial: Dr. Gerardo Barrera Cardiel, Dr. Ignacio Mejía Granados, Dr. Alberto Ruiz Marines, Dr. Jorge Alejandro Verduzco Martínez y Dr. Ariosto Medina Flores por sus valiosas aportaciones y por compartir sus conocimientos y experiencia para este trabajo de investigación.

Muy especialmente agradezco a mis padres Manuel Tapia Bautista y Teresa Sánchez Guerrero por ser los pilares fundamentales en mi vida y por ayudarme en cada decisión que he tomado, los quiero. También agradezco a mis hermanos César Tapia Sánchez y Ma. Angélica Tapia Sánchez por ser grandes ejemplos en mi vida y por ayudarme en todo lo que necesito, los quiero. También agradezco a mi esposa Anayeli López Olivares por estar en los momentos más importantes en mi vida, Te Amo.

ÍNDICE

Contenido	Págs.
RESUMEN.....	1
ABSTRACT.....	2
INTRODUCCIÓN.....	3
JUSTIFICACIÓN.....	5
OBJETIVOS.....	6
Objetivo general.....	6
Objetivos particulares.....	6
HIPÓTESIS.....	7
CAPÍTULO I: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	8
1.1 ACEROS INOXIDABLES.....	8
1.2 TITANIO Y SUS ALEACIONES.....	12
1.3 MÉTODOS PARA TRATAMIENTO SUPERFICIAL.....	18
1.3.1 Tratamiento superficial láser (LSP, <i>Laser Shock Processing</i>).....	20
1.3.1.1 Principios físicos del tratamiento superficial láser.....	21
1.3.1.2 Modelo analítico del proceso, LSP.....	21
1.3.1.3 Aspectos mecánicos del tratamiento por choque láser.....	22
1.3.1.4 Esfuerzos residuales inducidos por choque láser.....	23
1.3.2 Tratamiento superficial por chorro de agua (WJP, <i>Water Jet Peening</i>).....	24
1.3.2.1 Mecanismo de funcionamiento por chorro de agua.....	24
1.3.2.2 Estructura del chorro de agua.....	25
1.4 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.....	29
1.4.1 Termoelectricidad.....	29
1.4.2 Efecto Seebeck.....	30
1.4.2.1 Análisis cualitativo.....	30
1.4.3 Efecto Peltier.....	31
1.4.3.1 Análisis cualitativo.....	31
1.4.4 Efecto Thompson.....	32
1.4.4.1 Análisis cualitativo.....	32
1.5 POTENCIAL TERMOELÉCTRICO: TÉCNICA DE CONTACTO.....	32
1.6 POTENCIAL TERMOELÉCTRICO: TÉCNICA DE NO CONTACTO.....	34
1.6.1 Unidades de control de temperatura.....	35
1.6.2 Filtro para señales del magnetómetro.....	36
1.6.3 Magnetómetro.....	37
1.7 TÉCNICA DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X PARA MEDICIÓN DE ESFUERZOS RESIDUALES Y TRABAJADO EN FRÍO.....	41
1.8 REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE.....	47
CAPÍTULO II: DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	52
2.1 MATERIALES Y MÉTODOS.....	53
2.2 MUESTRAS TRATADAS CON CHORRO CON AGUA (WJP).....	53
2.3 MUESTRAS TRATADAS CON RAYO LÁSER (LSP).....	56
2.4 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.....	59
2.4.1 Caracterización topográfica y microestructural.....	59
2.4.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	60
2.4.3 Caracterización no destructiva, potencial termoeléctrico de contacto.....	60
2.4.3.1 Calibración del equipo para medición del PTE.....	62
2.4.3.2 Procedimiento de calibración para las mediciones realizadas con la punta de cobre.....	62
2.4.4 Caracterización no destructiva, potencial termoeléctrico de no contacto.....	64

2.4.5 Determinación de esfuerzos residuales y trabajado en frío mediante DRX.....	65
2.5 TRATAMIENTO TÉRMICO: RELEVADO DE ESFUERZOS RESIDUALES.....	68
CAPITULO III: RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	70
3.1 CARACTERIZACIÓN TOPOGRÁFICA Y MICROESTRUCTURAL DEL TRATAMIENTO MEDIANTE CHORRO DE AGUA.....	70
3.2 CARACTERIZACIÓN TOPOGRÁFICA Y MICROESTRUCTURAL DEL TRATAMIENTO MEDIANTE LÁSER (LSP).....	73
3.3 RESULTADOS DE PTE MEDIANTE TÉCNICA DE CONTACTO.....	76
3.4 RESULTADOS DE PTE MEDIANTE TÉCNICA DE NO CONTACTO.....	81
3.5 RESULTADOS DE ESFUERZOS RESIDUALES POR DRX EN MUESTRAS DE ACERO INOXIDABLE Y TI-6AL-4V TRATADAS CON CHORRO DE AGUA Y LÁSER.....	85
3.6 RESULTADOS DE TRABAJADO EN FRÍO EN ACERO INOXIDABLE 316 LVM Y TI-6AL-4V TRATADAS CON CHORRO DE AGUA Y LÁSER.....	91
CAPITULO IV: CONCLUSIONES.....	99
TRABAJO PARA FUTURO.....	100
REFERENCIAS.....	101

Índice de Figuras

	Págs.
Figura 1.- Conexiones de composición y propiedades de las aleaciones de aceros inoxidable. A partir del 304, las mejoras en cuanto a la propiedad indicada por las flechas llevan hacia las aleaciones apropiadas.....	9
Figura 2.- Diagrama de composición de Schaeffler para aceros inoxidable.....	10
Figura 3.- Clasificación de los aceros inoxidable.....	10
Figura 4.- Clasificación de algunos metales de acuerdo a su densidad.....	13
Figura 5.- Elementos estabilizadores de la fase α y β para el Titanio.....	13
Figura 6.- Influencia de elementos aleantes en los diagramas de fase para aleaciones de Titanio, elementos: a) neutros, b) estabilizantes α , c) estabilizantes β y subdivisión de elementos isomorfos y eutectoides respectivamente.....	14
Figura 7.- Diagrama de fase tridimensional para clasificar esquemáticamente las aleaciones de titanio.....	15
Figura 8.- Planos prismático, basal y piramidal en estructuras hexagonales.....	18
Figura 9.- Esquemización del tratamiento superficial con láser: a) área superficial a ser tratada con el haz sobre diferentes capas, b) efecto del haz sobre la interfase de la muestra tratada con láser.....	20
Figura 10.- Geometría del conjunto material-láser durante el impacto con láser.....	22
Figura 11.- Principio de la generación de esfuerzos residuales de compresión con tratamiento por impacto láser (con capa), (a) durante la interacción y (b) después de la interacción.....	23
Figura 12.- Perfil del chorro de agua.....	25
Figura 13.- Representación esquemática de los parámetros involucrados en el proceso de chorro de agua.....	26
Figura 14.- Tipos de boquillas empleados por chorro de agua.....	27
Figura 15.- Efecto Seebeck en diferentes configuraciones: (a) alambre delgado, (b) circuito cerrado y (c) placa.....	29
Figura 16.- Diagrama esquemático de la medición termoeléctrica de contacto.....	33
Figura 17.- Espectro típico de ruido para algunos sensores magnéticos.....	35
Figura 18.- Unidades de control de temperatura.....	36
Figura 19.- Pasa (pasa bajas, pasa altas y pasa banda) y acondicionador de la señal.....	37
Figura 20.- Sensor de campo magnético.....	38
Figura 21.- Magnetómetro para medición de la densidad de flujo magnético: técnica de no contacto.....	38
Figura 22.- Diagrama esquemático de la detección de imperfecciones en materiales metálicos por medio del registro magnético de corrientes termoeléctricas.....	39
Figura 23.- Voltaje termoeléctrico producido por una termocupa formada por cables de cobre puro laminado y recocido.....	40
Figura 24.- Efectos de diferentes tratamientos mecánicos superficiales como trabajado en frío, profundidad y resistencia a la fatiga.....	41
Figura 25.- Principios de difracción de rayos-X para la medición de esfuerzos residuales. (a) Muestra libre de esfuerzos, (b) muestra con esfuerzos en la microestructura.....	42
Figura 26.- Representación esquemática del método de $\sin^2 \psi$	43
Figura 27.- Influencia en el pico de difracción de Rayos X de: (a) macroesfuerzos (deformación uniforme) y (b) microdeformaciones (deformación no uniforme).....	46
Figura 28.- Micrografías de la sección cercana a la superficie de: (a) partículas de ZrO_2 y (b) partículas de Al_2O_3	47

Figura 29.- Perfil de los esfuerzos residuales con respecto a la profundidad en muestras de acero inoxidable 316 LVM en muestra pulida, granallado con partículas de zirconia y alúmina.....	48
Figura 30.- Imagen de electrones retrodispersados de la superficie de probetas arenadas: (a) partículas de alúmina de 500 μm	49
Figura 31.- Perfil de esfuerzos residuales en la superficie y subsuperficie vs profundidad de una aleación Ti-6Al-4V tratada mediante rolado con y sin tratamiento láser.....	50
Figura 32.- Densidad de flujo magnético en biomateriales metálicos tratados superficialmente con la técnica de arenado.....	51
Figura 33.- Diagrama de flujo del desarrollo experimental.....	52
Figura 34.- Imágenes de las aleaciones de referencia del acero inoxidable 316 LVM y Ti-6Al-4V, respectivamente.....	53
Figura 35.- Equipo empleado para realizar los tratamientos superficiales con chorro de agua.....	54
Figura 36.- Punta de la boquilla utilizada para tratamiento con chorro de agua.....	54
Figura 37.- (a) Trayectoria del chorro de agua sobre la superficie de acero inoxidable 316 LVM (TS=0.05 m/min). (b) Perfil de la sección transversal; A: profundidad del surco, W: anchura de cada surco=08 mm.....	55
Figura 38.- Muestra de 316 LVM y Ti-6Al-4V tratadas con chorro de agua.....	56
Figura 39.- Trayectoria de los pulsos láser sobre las muestras.....	57
Figura 40.- Muestras 316 LVM y Ti-6Al-4V tratadas mediante el proceso láser.....	58
Figura 41.- Diagrama esquemático de los tres efectos más importantes en el proceso superficial y subsuperficial.....	59
Figura 42.- Equipo Walter Scientific Inc. Alloy Sopperter ATS-6044T para medición del Potencial Termoeléctrico: técnica de contacto.....	61
Figura 43.- Puntas de Cu y Au para medición del potencial termoeléctrico, técnica de contacto...	61
Figura 44.- Curva de calibración de la aleación Ti-6Al-4V.....	64
Figura 45.- Magnetómetro para medición de la densidad de flujo magnético: técnica de no contacto.....	65
Figura 46.- (a) Aspecto del proceso de desbaste químico y (b) aspecto de las superficies devastadas después del primer desbaste.....	66
Figura 47.- Aspecto general del equipo de medida de esfuerzos residuales.....	66
Figura 48.- Gráfica de perfilometría después del desbaste químico de las probetas AL1 y AL6, respectivamente.....	67
Figura 49.- Gráfica de relajación térmica de esfuerzos residuales con respecto a la profundidad en un material.....	69
Figura 50.- Imágenes MEB de las muestras 316 LVM tratadas con chorro de agua: (a) muestra AW2, TS=50 mm/min.....	70
Figura 51.- Imágenes de microscopía óptica de las secciones transversales de las muestras tratadas con WJP de acero inoxidable 316 LVM. (a) Muestra AW2 con velocidad de avance, TS=50 mm/min y (b) muestra AW4 con velocidad de avance, TS=450 mm/min.....	72
Figura 52.- Imágenes de MEB de la sección transversal del acero inoxidable 316 LVM y la aleación Ti-6Al-4V tratado mediante chorro de agua. Muestras: (a) AW2, (b) AW2+TT (380°C/1h), (c) muestra TW1 y (d) TW1+TT (595°C/1h).....	73
Figura 53.- Imágenes MEB de la aleación Ti-6Al-4V; (a) aleación de referencia, (b) muestra TL2 tratada con láser, (c) TAV2+TT parcial y (d) TAV2 láser + TT total.....	74
Figura 54.- Imágenes de MEB de la sección transversal del acero inoxidable 316 LVM y la aleación Ti-6Al-4V tratado mediante láser. (a) Muestra TL1, (b) muestra TL1+TT (595°C/1h), (c) muestra AL1 y (d) muestra TL1+TT (380°C/1h).....	76

Figura 55.- Medida de poder termoeléctrico en acero inoxidable 316 LVM utilizando la técnica de contacto con y sin tratamiento térmico tratadas mediante: (a) láser y (b) chorro de agua.....	78
Figura 56.- Medida de poder termoeléctrico utilizando la técnica de contacto con y sin tratamiento térmico tratadas mediante chorro de agua y láser. (a) Probetas de acero inoxidable 316 LVM y (b) probetas de Ti-6Al-4V.....	80
Figura 57.- Densidad de flujo magnético utilizando la técnica de no contacto con y sin tratamiento térmico en probetas de acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante: (a) láser y (b) chorro de agua.....	82
Figura 58.- Medida de poder termoeléctrico en probetas de la aleación Ti-6Al-4V utilizando la técnica de no contacto con y sin tratamiento térmico tratadas mediante: (a) láser y (b) chorro de agua.....	84
Figura 59.- Perfil de esfuerzos residuales de compresión a diferentes profundidades en acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante láser con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) AL1 y (b) AL6.....	86
Figura 60.- Perfil de esfuerzos residuales de compresión a diferentes profundidades en acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante chorro de agua con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) AW1 y (b) AW4.....	87
Figura 61.- Perfil de esfuerzos residuales de compresión a diferentes profundidades en Ti-6Al-4V tratadas mediante láser con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) TL1 y (b) TL6.....	88
Figura 62.- Perfil de esfuerzos residuales de compresión a diferentes profundidades en Ti-6Al-4V tratadas mediante chorro de agua con y si tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) TW1 y (b) TW6.....	90
Figura 63.- Perfil de trabajado en frío (FWHM) a diferentes profundidades en acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante láser con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) AL1 y (b) TL6.....	92
Figura 64.- Perfil de trabajado en frío (FWHM) a diferentes profundidades en acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante chorro de agua con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) AW1 y (b) AW4.....	94
Figura 65.- Perfil de trabajado en frío (FWHM) a diferentes profundidades en Ti-6Al-4V tratadas mediante láser con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) TL1 y (b) TL6.....	96
Figura 66.- Perfil de trabajado en frío (FWHM) a diferentes profundidades en Ti-6Al-4 tratadas mediante chorro de agua con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) TW1 y (b) TW6.....	98

Índice de Tablas

	Págs.
Tabla I.1.- Propiedades mecánicas de algunas aleaciones de Titanio comerciales y semicomerciales.....	16
Tabla I.2.- Efectos de varios tratamientos mecánicos superficiales y sus propiedades.....	28
Tabla I.3 Técnicas de difracción de rayos-X, constantes elásticas de rayos-X, valores generales de aleaciones ferrosas y no ferrosas.....	45
Tabla II.1.- Composición química del acero inoxidable austenítico 316 LVM.....	53
Tabla II.2.- Composición química de la aleación de Titanio Ti-6Al-4V.....	53
Tabla II.3.- Parámetros utilizados para la técnica de chorro de agua en muestras de 316 LVM y Ti-6Al-4V.....	55
Tabla II.4.- Parámetros de procesado con láser peening en muestras de Ti-6Al-4V.....	57
Tabla II.5.- Parámetros de procesado con láser peening en muestras de 316 LVM.....	58
Tabla II.6.- Potencial termoeléctrico absoluto de algunos materiales.....	62
Tabla II.7.- Mediciones realizadas a las probetas con la punta de cobre (Cu).....	63
Tabla II.8.- Valores utilizados para la regresión lineal.....	63
Tabla II.9.- Parámetros utilizados para medir esfuerzos residuales mediante la técnica DRX.....	68
Tabla III.1.- Valores de rugosidad Ra, Rz, profundidad de surco, A, y pérdida de volumen por unidad de longitud, V_v , en las muestras de acero inoxidable austenítico 316 LVM en función de la velocidad de avance.....	71
Tabla III.2.- Rugosidades de muestras Ti-6Al-4V tratadas mediante LSP con y sin tratamiento térmico.....	75

RESUMEN

Los tratamientos superficiales para materiales metálicos con chorro de agua y láser están orientados a mejorar la fijación mecánica de implantes a través de un aumento de la rugosidad. Como consecuencia de la deformación plástica superficial se producen efectos adicionales como refinamiento de grano, endurecimiento, aumento de los esfuerzos residuales de compresión y trabajado en frío; que generalmente son evaluados mediante ensayos destructivos. Este trabajo de investigación está centrado en el análisis de dichos efectos producidos mediante ensayos no destructivos del poder termoeléctrico utilizando técnicas de contacto y no contacto en probetas de Ti-6Al-4V y acero inoxidable austenítico 316 LVM tratadas mediante chorro de agua y láser respectivamente. Los métodos termoeléctricos de caracterización no destructiva (END) están basados en el efecto “Seebeck”, donde se produce una fuerza electromotriz cuando dos metales distintos son unidos formando un circuito cerrado y creando una diferencia de temperatura entre las uniones. En el presente trabajo de investigación se comparan los resultados obtenidos por medio de ensayos no destructivos de potencial termoeléctrico vs la técnica de difracción de rayos-X. Se encontró que mediante las mediciones de PTE de contacto y no contacto se pueden caracterizar de manera cualitativa algunos de los efectos como esfuerzos residuales y refinamiento de grano producidos por deformación mediante tratamiento superficiales con chorro de agua y láser. Ambas técnicas de PTE de contacto y no contacto son sensibles a cambios microestructurales debido a deformación, especialmente la técnica de no contacto es sensitiva a cambios microestructurales en ambas aleaciones estudiadas.

Palabras clave: Ti-6Al-4V, acero inoxidable 316LVM, Seebeck, Termoeléctricidad.

ABSTRACT

The surface treatment of metallic materials with water jet and laser are directed to improving the mechanical fixation of implants through an increase in roughness . Which are generally evaluated by destructive testing, as a result of plastic deformation additional surface effects as grain refinement , hardening , increased residual compression stress and cold working. This research focuses on the analysis of such effects through nondestructive testing of thermoelectric power using techniques of contact and non-contact in specimens of Ti-6Al-4V and austenitic stainless steel 316 LVM treated water jet and laser, respectively. Thermoelectric nondestructive characterization methods (NDT) are based on the "Seebeck", where an electromotive force occurs when two dissimilar metals are joined to form a closed loop and creating a temperature difference between the junctions effect. In the present investigation the results obtained by means of nondestructive testing of thermoelectric potential technique *vs* X-ray diffraction are compared. Was found by measurements of contact PTE and non contact can be characterized qualitatively some of the effects like residual stresses and grain refinement produced by deformation by surface treatment with water jet and laser. Both techniques PTE contact and non contact are sensitive to microstructural changes due to deformation , especially the non contact technique is sensitive to microstructural changes in both alloys studied.

Keywords: Ti-6Al-4V, stainless Steel 316 LVM, Seebeck, Thermoelectricity.

INTRODUCCIÓN

Los biomateriales han evolucionado con el tiempo, de acuerdo a las necesidades y al entendimiento que se ha logrado de la interacción material-tejido vivo. Actualmente los biomateriales son diseñados, sintetizados y procesados pensando en la aplicación médica a la cual serán destinados, es decir, los biomateriales deben ser bio-funcionales además de inertes, pues la funcionalidad se refiere a la habilidad del implante para realizar la tarea para lo cual es diseñado [1-3]. Además, estos componentes deben cumplir otros requerimientos tales como: (i) biocompatibilidad; ser aceptado por el organismo sin ser rechazado, (ii) ser químicamente estable e inerte, (iii) tener buenas propiedades mecánicas, (iv) resistencia a la fatiga por el tiempo de vida programado para el implante, (v) tener una densidad adecuada, y (vi) diseño adecuado y tener adaptabilidad [4,5].

Algunos biomateriales metálicos son considerados como inertes, su bioactividad en lo concerniente a la formación de una interfase hueso-implante es mucho menor que la de otros componentes, tales como los fosfatos de calcio. Sin embargo, los metales siguen siendo los más utilizados en implantes donde se requiere el soporte de carga debido a la alta resistencia mecánica que presentan. Los principales metales biocompatibles son el acero inoxidable, aleaciones basadas en cobalto y aleaciones basadas en titanio [6]. Las aleaciones de titanio tienen una alta resistencia mecánica y un módulo elástico relativamente bajo que se asemeja más al del hueso que otras aleaciones metálicas, y a su vez tiene una alta resistencia a la corrosión como consecuencia de la formación espontánea de la capa pasiva de óxido de titanio, lo que las ha convertido en las aleaciones más utilizadas para aplicaciones biomédicas.

Los metales se pueden someter a una serie de tratamientos con la finalidad de potenciar y modificar sus propiedades tales como; dureza, resistencia mecánica, plasticidad, fijación mecánica, entre otros. Existen cuatro clases de tratamientos: tratamientos térmicos, tratamientos termoquímicos, tratamientos mecánicos, tratamientos superficiales. Con los tratamientos superficiales se mejora las propiedades subsuperficiales de los metales sin variar su composición química. En estos tratamientos, a diferencia de los termoquímicos, no es necesario llevar a cabo calentamiento alguno.

El presente trabajo de investigación está encaminado a comprender y estudiar por medio de técnicas termoeléctricas no destructivas de contacto y no contacto las propiedades sub-superficiales inducidas por los tratamientos como chorro de agua (por sus siglas en inglés WJP, *Water Jet Peening*) y láser (por sus siglas en inglés LSP, *Laser Shot Peening*) que, además de influir en la respuesta biológica, pueden ser cruciales en componentes sometidos a carga donde la resistencia a la fatiga suele ser el principal requisito para alcanzar una determinada biofuncionalidad. Algunos de los tratamientos superficiales como granallado por chorro de agua (WJP) y choque por láser (LSP) serán implementados en biomateriales metálicos en las siguientes aleaciones: Ti-6Al-4V y acero inoxidable 316LVM (*Low Vacuum Melting*). La aplicación de los métodos superficiales tiene la finalidad de mejorar la osteointegración del implante mediante la modificación superficial, aumentando su rugosidad como consecuencia de la deformación plástica severa superficial, y que aunado a esto se producen también efectos adicionales como afinamiento de grano, endurecimiento, tensiones residuales de compresión y trabajado en frío, cambio de fase, etc.

Investigaciones del efecto de tratamiento superficial para aplicaciones biomédicas han sido centradas sobre aleaciones de titanio y aleaciones base hierro. El acero inoxidable austenítico 316LVM está siendo utilizado como biomaterial, ya que combina buenas propiedades mecánicas con biocompatibilidad razonable. El buen mecanizado de este acero ha permitido su desarrollo como biomaterial para la fabricación de una gran variedad de componentes para implantes. Teniendo en cuenta que la respuesta biológica está muy relacionada con las propiedades superficiales, es por tal motivo que el presente proyecto se centra al estudio de la modificación superficial mediante métodos físicos que no comprometan las propiedades mecánicas del sustrato.

JUSTIFICACIÓN

El análisis de esfuerzos residuales por métodos no destructivos es un campo altamente desarrollado y estudiado utilizando para ello una gran variedad de principios físicos, que van desde el ultrasonido hasta el electromagnetismo y ferromagnetismo para evaluar el nivel absoluto y la distribución relativa de los esfuerzos elásticos que prevalecen en un material. Actualmente varias técnicas han sido identificadas para la evaluación de esfuerzos residuales tales como difracción de neutrones, difracción de rayos-X, métodos magnéticos, métodos térmicos, ultrasonido y corrientes Foucault. Un factor común de estos métodos convencionales es que son sensitivos tanto a parámetros intrínsecos (conductividad térmica y eléctrica, densidad, rigidez, etc.) como a parámetros geométricos (tamaño, forma, rugosidad, etc.). Las técnicas no destructivas por medio de termoelectricidad son esencialmente inherentes a los parámetros geométricos en un material a inspeccionar lo cual confiere una ventaja sobre los métodos convencionales.

Por medio de las técnicas termoeléctricas de contacto y no contacto se plantea la posibilidad de que el potencial termoeléctrico sea capaz de detectar cambios microestructurales en las muestras tratadas con chorro de agua y láser, debido a la presencia de textura generada por la deformación plástica en las dos aleaciones Ti-6Al-4V y acero inoxidable 316 LVM y su desaparición al aplicar tratamiento térmico de relevado de esfuerzos. Esta técnica es económica, rápida y sobre todo no daña el material a inspeccionar.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

- Caracterizar los efectos inducidos en los tratamientos superficiales de chorro de agua (WJP) y láser (LSP) en materiales metálicos tales como Ti-6Al-4V y 316 LVM por medio de las técnicas termoelectricas de contacto y no contacto.

OBJETIVOS PARTICULARES

- Estudiar y analizar el coeficiente termoelectrico por medio de la técnica de contacto de los efectos producidos tales como los esfuerzos de compresión y trabajado en frío por los tratamientos superficiales con chorro de agua (WJP) y láser (LSP) en una aleación de titanio Ti-6Al-4V y un acero inoxidable 316 LVM.
- Estudiar la densidad de flujo magnético medio de la técnica de no contacto de los efectos producidos por los tratamientos superficiales de chorro de agua (WJP) y láser (LSP) en una aleación de titanio Ti-6Al-4V y un acero inoxidable 316 LVM.
- Comparar los resultados obtenidos por medio de la técnicas termoelectricas vs la técnica de difracción de rayos-X.

HIPÓTESIS

Mediante tratamientos superficiales con chorro de agua y láser se crea rugosidad y deformación plástica en la superficie y subsuperficie. En las dos aleaciones de estudio Ti-6Al-4V y acero inoxidable 316 LVM se puede refinar el tamaño de grano en la superficie y subsuperficie acompañado de un aumento con los esfuerzos residuales y posibles cambio de fase. Esto propicia un cambio en la resistencia en la conductividad térmica y eléctrica (potencial termoeléctrico) en ambas aleaciones. Con la técnica de potencial termoeléctrico PTE de contacto y no contacto se podrán cuantificar los efectos de trabajado en frío, así como determinar cualitativamente los esfuerzos residuales producidos determinando el coeficiente termoeléctrico y la densidad de flujo magnético. El potencial termoeléctrico (PTE) de los metales no depende de los parámetros geométricos en un material y además es sensible a cambios microestructurales que se hayan producido mediante tratamientos superficiales convencionales creados por deformación. Además, mediciones de esfuerzos residuales mediante difracción de rayos X permitirá corroborar el estado de esfuerzos en las dos aleaciones tratadas superficialmente por ambas técnicas y se podrá relacionar los resultados por PTE y DRX.

CAPÍTULO 1: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

1.1 ACEROS INOXIDABLES

Los aceros inoxidable se seleccionan debido a su excelente resistencia a la corrosión. Todos los aceros inoxidable contienen un mínimo de 12% Cr, lo que permite que se forme una delgada capa protectora de óxido de cromo al exponer el acero al oxígeno. Esto imparte pasividad al acero y, cuando la película se rompe, se regenera de inmediato en presencia de oxígeno. Otros elementos que se agregan para mejorar características específicas son Níquel, Molibdeno, Cobre, Titanio, Aluminio, Silicio, Niobio, Nitrógeno, Azufre y Selenio. Para que ocurra la pasivación, el contenido mínimo de cromo debe ser de 10 a 12% en peso [7].

En Estados Unidos, las calidades forjadas de aceros inoxidable se designan mediante números del AISI (*American Iron and Steel Institute*), con base en el UNS (*Uniform Numbering System*; Sistemas de Numeración Uniforme) o por medio de marcas registradas asignadas por los productores de aceros de especialidad. La designación del AISI es la más antigua y la de uso más extendido, y consiste en un número de tres dígitos. Las series 200 y 300 son austeníticas, en tanto que las series 400 son ferríticas o martensíticas. A continuación se representa un resumen de las conexiones entre la composición y las propiedades en la familia de los aceros inoxidable (fig. 1). En el centro de la figura se localiza la calidad 304, que es el acero inoxidable de uso más extendido. En las flechas se indican las modificaciones a esta calidad que se hacen para producir las demás clases y para impartir características específicas a los aceros inoxidable [8].

El sistema UNS es un sistema más amplio que comprende una lista de todos los materiales metálicos, incluyendo el acero inoxidable. Este sistema incluye un número mayor de aceros inoxidable que el AISI ya que incorpora todos los aceros inoxidable desarrollados en las últimas décadas. Para un acero inoxidable, la designación UNS viene precedida de la letra S, seguida por un número de cinco dígitos. Para aquellas aleaciones que ya disponen de una designación AISI, los primeros tres dígitos corresponden a ésta designación. Cuando los dos últimos dígitos son 00, el número designa un tipo básico de AISI. Para los aceros inoxidable que contienen altos contenidos en Níquel (25 a 35 %), la designación UNS consiste en la letra N seguida por un número de cinco dígitos. Algunos ejemplos son: N08020 (20Cb-3), N08024 (20Mo-4), N08026 (20Mo-6), N08366 (AL-6X), y N08367 (AL-6XN).

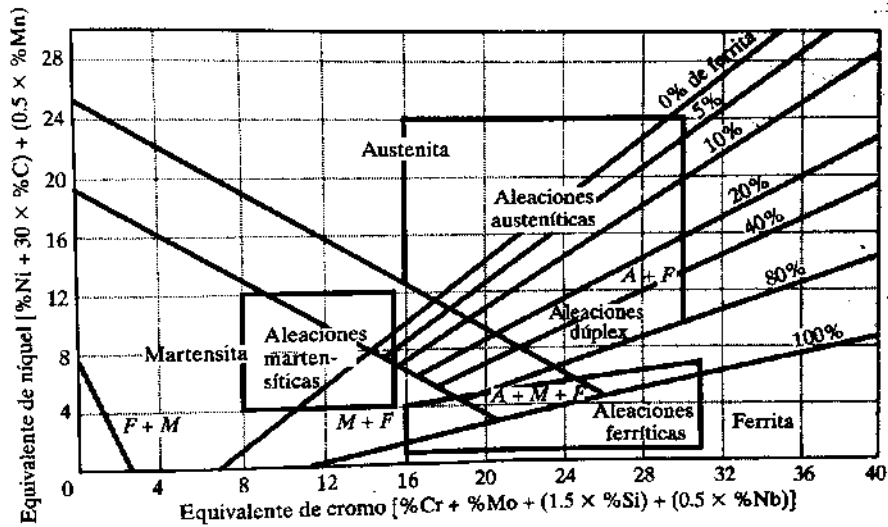


Figura 2.- Diagrama de composición de Schaeffler para aceros inoxidable [9].

Los aceros inoxidable se clasifican en cinco grupos (fig. 3), cuatro de ellos están basados en las características cristalográficas de su estructura: ferrítica, martensítica, austenítica y dúplex (austenita y ferrita). El quinto grupo son los aceros que pueden ser endurecidos por precipitación, que se basan en el tipo de tratamiento térmico utilizado.

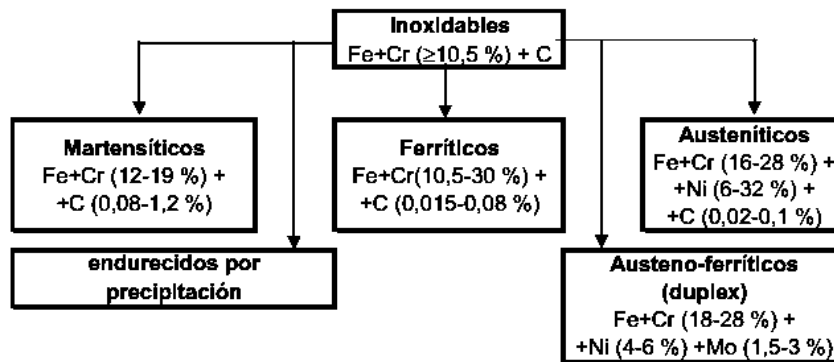


Figura 3.- Clasificación de los aceros inoxidable.

Existen tres tipos de microestructuras en los aceros inoxidable, por ejemplo, los ferríticos, austeníticos y martensíticos. Estas microestructuras pueden ser obtenidas mediante el ajuste químico del acero. Sin embargo, los aceros inoxidable se pueden clasificar en varias categorías [9].

Por lo general los aceros inoxidable se dividen en cinco tipos:

- a) *Austeníticos (series 200 y 300)*. Estos aceros generalmente están compuestos de cromo, níquel y manganeso en el hierro. Son antimagnéticos y tienen una excelente resistencia a la corrosión, pero son susceptibles al agrietamiento por esfuerzo corrosión. Los aceros inoxidable austeníticos se endurecen mediante el trabajo en frío. Son los más dúctiles de todos los aceros inoxidable, por lo que pueden ser fácilmente formados, aunque, a mayor trabajo en frío, su formabilidad se ve reducida. Estos aceros se utilizan en una amplia variedad de aplicaciones, como utensilios de cocina, acoplamiento, construcciones soldadas, equipo de transporte ligero, piezas para hornos y para intercambiadores de calor, y componentes para ambientes químicos severos.
- b) *Ferríticos (serie 400)*. Estos aceros tiene un elevado contenido de cromo de hasta 27%. Son magnéticos y tienen una buena resistencia a la corrosión, pero su ductilidad es menor a la de los aceros inoxidable austeníticos. Los aceros inoxidable ferríticos se endurecen mediante el trabajo en frío y no se pueden someter a tratamiento térmico. Generalmente se utilizan para aplicaciones no estructurales y decoraciones automotrices.
- c) *Martensíticos (series 400 y 500)*. La mayor parte de los aceros inoxidable martensíticos no contienen níquel y pueden ser endurecidos por tratamiento térmico. Su contenido de cromo puede alcanzar el 18%. Estos aceros son magnéticos y tienen una elevada resistencia, dureza y resistencia a la fatiga, una buena ductilidad y una moderada resistencia a la corrosión. Los aceros martensíticos se utilizan típicamente en cuchillería, herramientas quirúrgicas, instrumentos, válvulas y resortes
- d) *Endurecidos por precipitación (PH, Precipitation Hardening)*. Estos aceros contienen cromo y níquel; además cobre, aluminio, titanio o molibdeno. Tienen una buena resistencia a la corrosión y una buena ductilidad, y una elevada resistencia a temperaturas altas. Su aplicación principal se encuentra en componentes estructurales de aeronaves y vehículos espaciales.
- e) *Estructura dúplex*. Estos aceros tienen una mezcla de austenita y ferrita. Tienen buena resistencia a la corrosión (en la mayor parte de los ambientes), como el agrietamiento por esfuerzo, comparados con los aceros austeníticos de la serie 300. Las aplicaciones típicas se encuentran en componentes para las plantas de tratamiento de agua y en intercambiadores de calor.

Las diferentes clases de acero inoxidable proveen distintas propiedades, por ejemplo aceros inoxidables completamente austeníticos son no magnéticos, pero las partes equivalentes como los martensíticos y ferríticos poseen ferromagnetismo [9].

El acero inoxidable austenítico 316 LVM es un material que combina buenas propiedades mecánicas con una razonable biocompatibilidad *in vitro* y tolerancia *in vivo*. Su bajo coste y fácil mecanización lo hace muy apreciado en la fabricación de una gran variedad de componentes para implantes. Estudios recientes consideran que una mejora de la estabilización a corto plazo del implante puede ser crítico en las etapas iniciales. Los resultados *in vivo* han puesto de manifiesto que las superficies rugosas de implantes de acero inoxidable 316 LVM producen una fijación mejor que la correspondiente a superficies lisas [10].

1.2 TITANIO Y SUS ALEACIONES

Existen muchas maneras de clasificar a los metales, una de ellas es identificarlos como ferrosos y no ferrosos, metales pesados o ligeros. El titanio es clasificado como un metal ligero y no ferroso. El punto de separación entre metales pesados y ligeros es 5 g cm^{-3} , el titanio con una densidad de 4.51 g cm^{-3} se considera como el metal ligero más dentro de la clasificación de los pesados (fig. 4).

Puesto que el titanio de alta pureza tiene pobre resistencia por ello su aplicabilidad es muy limitada a nivel industrial, por tal motivo es necesario mejorar sus propiedades mediante la adición de elementos aleantes durante su fabricación. Las aleaciones de titanio se basan en la adición de elementos solutos tales como el aluminio, molibdeno, vanadio, cinc, circonio, etc. Dependiendo de las funcionalidades, estos elementos aleantes estabilizan las diferentes fases de titanio. El aluminio es el elemento de aleación más importante, ya que estabiliza la fase α (fig. 5) donde se expresa el aluminio equivalente. De la misma manera el molibdeno tiene una significancia análoga y estabiliza la fase β [11].

Las aleaciones de titanio se destacan principalmente por dos propiedades: alta resistencia específica y excelente resistencia a la corrosión. Esto explica su uso preferencial en el sector aeroespacial, la industria química e ingeniería médica principalmente [12,13].

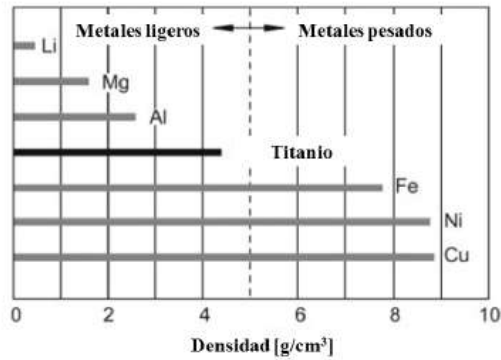


Figura 4.- Clasificación de algunos metales de acuerdo a su densidad.

La estructura cristalina del Titanio puro, así como la mayoría de las aleaciones de Titanio cristalizan a baja temperatura en una estructura hexagonal compacta conocida como Titanio α . Sin embargo, a altas temperaturas el Titanio sufre un cambio de fase estable a estructura cúbica centrada en el cuerpo conocida como Titanio β . La temperatura de transición β para el Titanio se encuentra a 882 ± 2 °C.

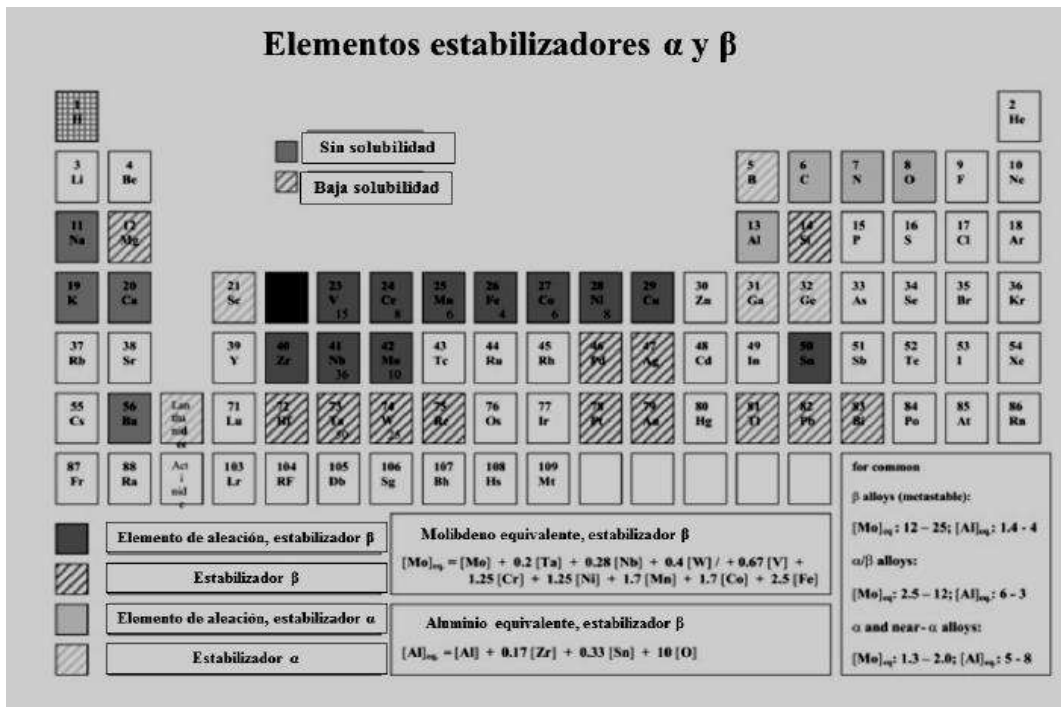


Figura 5.- Elementos estabilizadores de la fase α y β para el titanio [14].

La existencia de dos diferentes estructuras cristalinas a su temperatura de transformación alotrópica correspondiente, es de importancia central pues es la base de la larga variedad de propiedades para las aleaciones de titanio. En general, las ventajas del titanio y sus aleaciones

son: alta resistencia a la corrosión, buena resistencia a la oxidación a $T < 600^{\circ}\text{C}$, y baja densidad. Las aleaciones de Titanio se clasifican, en base a su composición química, el porcentaje en peso de los elementos aleantes, y su efecto en la microestructura resultante a temperatura ambiente. Dependiendo de la temperatura de transición β , los elementos de aleación del titanio son clasificados como neutro, estabilizadores α y estabilizadores β (fig. 6). Los elementos de estabilización α extienden el campo de la fase α a más altas temperaturas, mientras que los elementos de estabilización β desplazan el campo de la fase β a bajas temperaturas. Aparte de los elementos de aleación regulares, también hay elementos no metálicos del orden de unos 100 ppm presentes como impurezas.

Dentro de los elementos estabilizadores α , el aluminio es por mucho el elemento de aleación más importante para el titanio. Elementos intersticiales como el oxígeno, nitrógeno y carbono también pertenecen a esta categoría. Por lo tanto, para extender el campo de la fase α a altas temperaturas los elementos estabilizadores α crean un nuevo campo de fase $\alpha+\beta$. Los elementos estabilizadores α se subdividen en elementos isomorfos β y eutécticos α . Los elementos isomorfos β , son por ejemplo, Mo, V y Ta, y son bastante importantes debido a su alta solubilidad en titanio. Por otro lado, incluso a muy bajas fracciones volumétricas de elementos eutécticos β , por ejemplo, Fe, Mn, Cr, Co, Ni, Cu, Si y H puede conducir a la formación de compuestos intermetálicos. El Sn y Zr se consideran como elementos neutros, ya que no influyen en el límite de la fase α/β . En cuanto a resistencia se refiere, estos elementos no son considerados neutros pues refuerzan la fase [15].

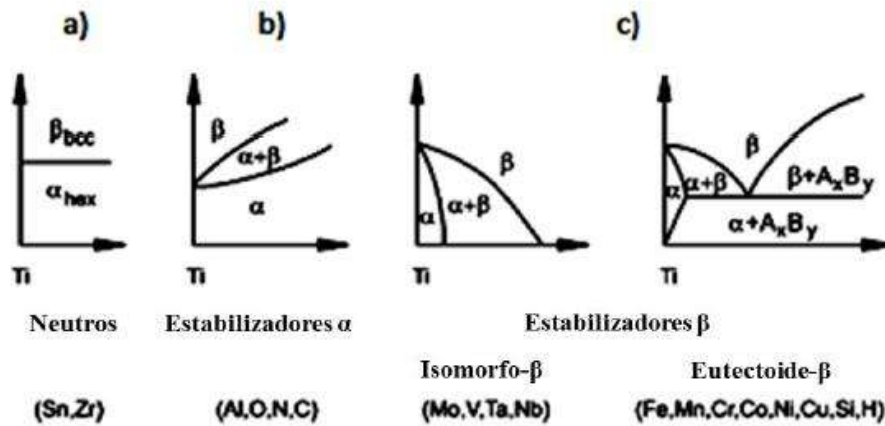


Figura 6.- Influencia de elementos aleantes en los diagramas de fase para aleaciones de titanio, elementos: a) neutros, b) estabilizantes α , c) estabilizantes β y subdivisión de elementos isomorfos y eutécticos respectivamente.

Por lo general, las aleaciones de titanio se clasifican como aleaciones α , $\alpha+\beta$ y β , con una subdivisión en aleaciones cercanos a la fase α y aleaciones metaestables β . Esto se indica esquemáticamente en un diagrama de fase tridimensional, el cual se compone de dos diagramas de fase con elementos estabilizantes α y β , respectivamente (fig. 7).

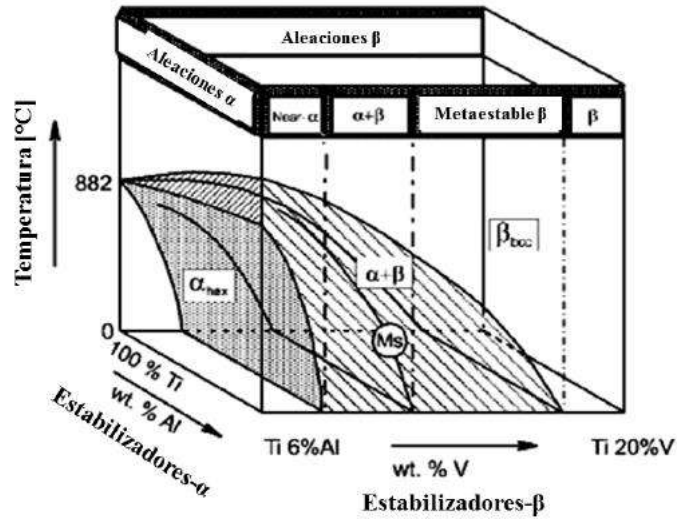


Figura 7.- Diagrama de fase tridimensional para clasificar esquemáticamente las aleaciones de titanio [15].

Actualmente existen más de 100 aleaciones de Ti, de las cuales sólo de 20 a 30 poseen un estatus comercial. Es importante mencionar que la aleación Ti-6Al-4V es de las aleaciones más utilizadas y fabricadas en comparación con las demás aleaciones. El comportamiento mecánico de las aleaciones de titanio se encuentra directamente relacionado con la composición y en muchas ocasiones del procesamiento termomecánico, algunas de las propiedades de materiales basados en titanio aplicados como biomateriales se muestran en la tabla I.1. La resistencia mecánica puede incrementarse mediante la adición de elementos aleantes, los cuales pueden ser añadidos por solución sólida, por precipitación de segundas fases. También se puede incrementar su resistencia por la obtención de una estructura metaestable mediante templado dentro del campo de la fase β con un incremento de precipitados finos [16].

Tabla I.1.- Propiedades mecánicas de algunas aleaciones de Titanio comerciales y semicomerciales [16].

Material	Resistencia a la tensión (MPa)	Límite de fluencia (MPa)	% Elongación	Módulo de elasticidad (MPa)
<i>Aleaciones α</i>				
Titanio puro grado 1	240	170	24	102.7
Titanio puro grado 2	345	275	20	102.7
Titanio puro grado 3	450	380	18	103.4
Titanio puro grado 4	550	485	15	104.1
<i>Aleaciones $\alpha+\beta$</i>				
Ti-6Al-4V	895-930	825-869	6-10	110-114
Ti-6Al-4V ELI	860-965	795-875	10-15	101-110
Ti-6Al-7Nb	900-1050	880-950	8.1-15	114
Ti-5Al-2.5Fe	1020	895	15	112
<i>Aleaciones β</i>				
Ti-13Nb-13Zr	973-1037	836-908	10-16	79-84
Ti-12Mo-6Zr-2Fe	1060-1100	1000-1060	18-22	74-85
Ti-15Mo	874	544	21	78
Ti-15Mo-5Zr-3Al	852-1100	838-1060	18-25	80
Ti-15Mo-2.8Nb-0.2Si	979-999	945-987	16-18	83
Ti-35.5Nb-5.1Ta-7.1Zr	596.7	547.1	19	55
Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr	911	864	13.2	80

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).

De acuerdo con Lütjering [17] el parámetro microestructural más importante, que determina las propiedades mecánicas, en una aleación de Titanio $\alpha + \beta$, es el tamaño de la colonia α . Al disminuir el tamaño de la colonia α se observa una marcada mejora en la ductilidad y la resistencia a la propagación de grietas, mientras que la resistencia a la propagación de macro grietas y a la fractura se ven mejorada por la presencia de una colonia de fase α mayor. El tamaño de la colonia α depende de la velocidad de enfriamiento de la fase β presente y del tamaño de grano de la fase β que limitan las dimensiones de la colonia de la fase α . Otro parámetro importante que también afecta a las propiedades mecánicas de esta aleación es el efecto de elementos aleados de partición. La fase β contiene pequeñas concentraciones de estos elementos (especialmente oxígeno) que promueve el envejecimiento por la formación de partículas Ti_3Al .

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

En el titanio alfa hcp, el deslizamiento ocurre más frecuentemente en los planos basal $\{0001\}$, prismático $\{10\bar{1}0\}$, y piramidal $\{10\bar{1}1\}$ (fig. 8). De hecho los planos de deslizamiento dominantes dependen de la relación de los parámetros c/a , así como de la composición de la aleación, la temperatura, el tamaño de grano y la orientación cristalina. En general, el deslizamiento tendrá tendencia a ocurrir en el plano que tenga la menor distancia interplanar. Los materiales hexagonales presentan una relación c/a menor a 1.663 (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, es el caso de un titanio alfa de alta pureza.

Los materiales hexagonales, debido a su simetría de rotación de 6 planos no exhiben un conjunto completo de sistemas de deslizamiento. Como consecuencia de este limitado sistema capaz de ser activado, un deslizamiento posterior es adaptado de cualquier modo por un deslizamiento

piramidal $\langle ca \rangle$ o una tracción/compresión de defectos superficiales de macla (maclado) simultanea $\langle c+a \rangle$. Un límite de macla es un plano a través del cual hay una desorientación especial de imagen especular de la estructura cristalina. Las maclas pueden producirse cuando una fuerza cortante, que actúa a lo largo del límite de macla, 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 [18].

Cabe mencionar que el plano de simetría entre dos porciones de la red que tienen una orientación que está relacionada es conocido como maclado. En el titanio, el plano de macla más común es el (1012) y la dirección de la macla es [1011].

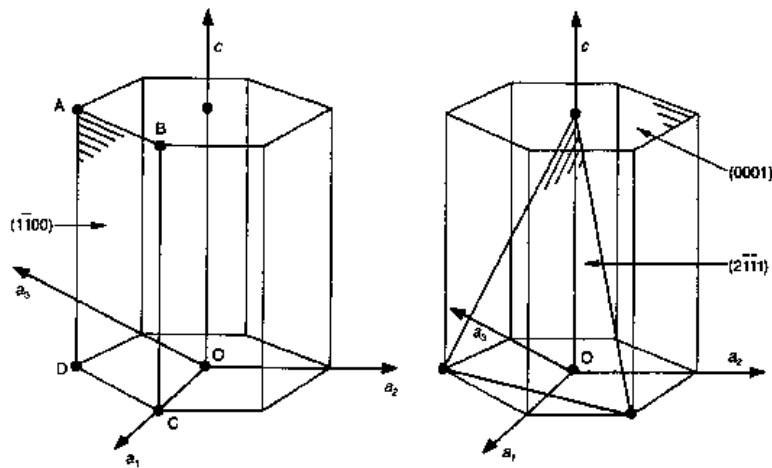


Figura 8.- Planos prismático, basal y piramidal en estructuras hexagonales.

1.3 MÉTODOS PARA TRATAMIENTO SUPERFICIAL

En muchas aplicaciones, la preparación superficial de un material es necesaria para un óptimo funcionamiento. Algunos ejemplos se mencionan a continuación: limpieza superficial de grasa o pintura, generación de rugosidad superficial e inducir estabilidad mecánica de implantes, generación de esfuerzos residuales de tensión para proveer un buen comportamiento a la fatiga, etc. La característica básica de todos los procesos, es el bombardeo energético de partículas (proyectiles) sobre el material para modificar su superficie. La cantidad de diferencias reside en el tipo (naturaleza) de partículas empleadas. Éstos pueden ser de diferentes tipos, por ejemplo: metálicos con forma angular o partículas cerámicas (granallado), y generalmente se aplican para

conferir rugosidad sobre la superficie de los materiales [19]. Por esta razón, se aplica comúnmente a materiales para aplicaciones ortopédicas, dado que las superficies rugosas presentan mejor fijación del hueso que los materiales pulidos.

Como se mencionó anteriormente, las consecuencias de un tratamiento superficial dado se encuentran definidos por la naturaleza de las partículas (por ejemplo, partículas de forma angular proporcionan mayor remoción de material que las redondeadas). Sin embargo, el objetivo y los parámetros usados en el proceso también determinan los cambios experimentados por la superficie del material. Por ejemplo, el ángulo de incidencia influye notablemente en la profundidad de los esfuerzos residuales de compresión generados. El panorama general de las consecuencias derivadas del granallado con partículas cerámicas debería ser evaluado para el uso de materiales y en particular en aplicaciones biomédicas.

En muchos de los casos la modificación superficial crea “daño” superficial y esfuerzos de compresión a unas cuantas micras de profundidad, como consecuencia de la deformación creada por diferentes métodos con la finalidad de modificar sus propiedades y aumentar con ello su aplicabilidad en áreas como la medicina. En recientes años una gran cantidad de técnicas de modificación superficial han sido utilizadas para estudiar las propiedades superficiales de materiales como aleaciones de acero inoxidable y titanio. Estas técnicas incluyen tratamiento superficial como el ultrasonido (*Ultrasonic Peening, UP*), granallado a alta energía, bombardeo con ultrasonido (*Ultrasonic Shot Peening, USP*) [20].

La microestructura de los granos finos creados en la subsuperficie son muy benéficos, por ejemplo, la resistencia a la fatiga se prolonga porque la capa subsuperficial impide el movimiento de dislocaciones y los esfuerzos residuales de compresión creados pueden retrasar el iniciación de grietas. De hecho, las propiedades mecánicas del material se mejoran aunque esto sea más reflejado en la capa subsuperficial, debido a la formación de una capa microestructural que posee buena resistencia a la corrosión debido a las grandes cantidades de límite de grano, que a su vez permiten la difusión rápida del cromo a la superficie para el caso del acero inoxidable. La capacidad para formar una película de óxido rápidamente en la capa superficial, puede reducir enormemente la interacción de electrones entre el sustrato y el entorno. Wang *et al* [20, 21] ha encontrado que mediante la técnica de bombardeo con ultrasonido (*Ultrasonic Shot Peening,*

USP) la microestructura del acero inoxidable 316 LVM posee una cantidad colosal de dislocaciones, así como la formación de pequeñas bandas de corte.

1.3.1 Tratamiento superficial láser (LSP, *Laser Shock Processing*)

El método superficial por láser proporciona un número de efectos benéficos en metales y aleaciones. Entre ellas destaca el aumento de la resistencia de los materiales relacionados a las fallas superficiales, fatiga, corrosión y fractura. Esto se logra mediante el adecuado manejo de los esfuerzos residuales de compresión dentro de los metales y aleaciones. Además, los efectos de esta técnica son más profundos que granallado. Mediante la técnica de láser (LSP) se genera un plasma de alta temperatura sobre la superficie, el cual da lugar a la formación de una onda de choque que provoca la deformación y, consecuentemente, la creación de tensiones residuales de compresión [22]. Para minimizar el efecto térmico suele emplearse una capa de sacrificio (fig. 9).

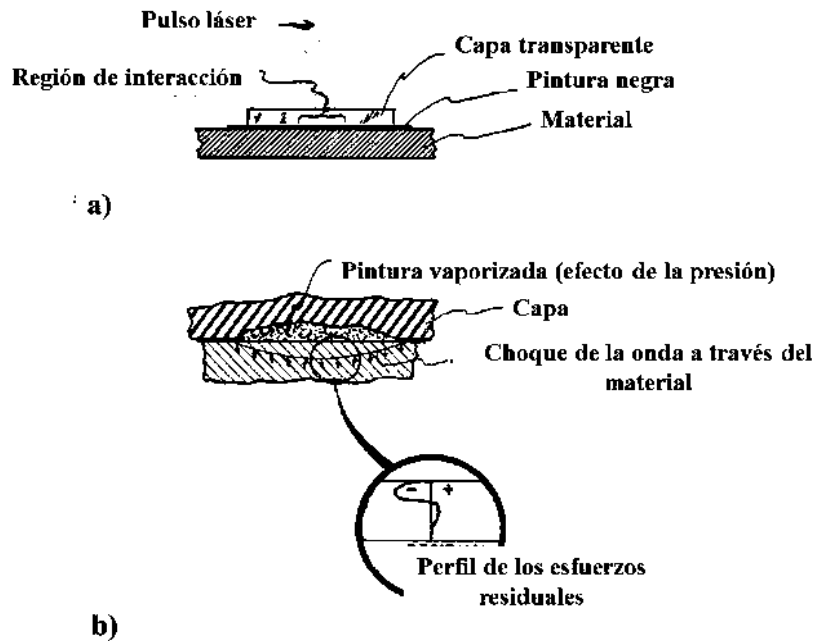


Figura 9.- Esquematación del tratamiento superficial con láser: a) área superficial a ser tratada con el haz sobre diferentes capas, b) efecto del haz sobre la interfase de la muestra tratada con láser.

Esta técnica trabaja ejerciendo una fuerza mecánica sobre la parte superficial; la subsuperficie no es afectada térmicamente. Sin embargo, las opciones de procesado se pueden elegir de tal manera que el efecto térmico sea limitado y los costos sean benéficos.

1.3.1.1 Principios físicos del tratamiento superficial láser

Los láseres utilizados por LSP se pulsan en prototipos de vidrio base Nd y requieren de unos 80 a 100 Joules de energía de salida con duraciones de pulso láser en el rango de 3 a 30 ns. Cuando una fuente de láser es focalizada sobre una superficie pequeña metálica (normalmente 1 cm^2), las capas superficiales se vaporizan instantáneamente (el fenómeno de la ablación) en una alta temperatura (aprox. 10000K) y presión de plasma (en el rango de los GPa). En el soplado, este plasma induce un impulso mecánico en los sistemas sólidos y en las ondas de choque.

Interesantes modificaciones en el mecanismo de generación de presión pueden ser observadas si la superficie metálica se recubre primero con un material opaco a la luz láser (típicamente una pintura de color negro) y luego se cubre con un material dieléctrico transparente a la luz láser (medios de confinamiento, tales como agua o vidrio). A medida que el haz de láser pasa a través del agua o el vidrio, la energía del láser es absorbida por el recubrimiento opaco y sólo una capa fina de este material de sacrificio se vaporiza: efectos térmicos sobre el substrato metálico son entonces suprimidos. Por otra parte, como el plasma generado continúa absorbiendo el resto de la energía láser, el cual se calienta rápidamente y su expansión entre el objetivo y el medio de confinamiento se retarda, por lo tanto la generación de presiones más altas que en el modo de ablación directa. Esta configuración de la irradiación con láser se denomina como: modo de ablación confinado y es la base para el procesamiento de granallado por choque láser [23].

En comparación con la ablación directa (es decir, sin ningún tipo de confinamiento), las presiones de 5 GPa pueden conseguirse fácilmente, más de un orden de magnitud mayor que para la ablación directa de la misma densidad de potencia, y la presión generada persiste 2 a 3 veces más larga que la duración del pulso de láser.

1.3.1.2 Modelo analítico del proceso, LSP

Se puede dar una descripción precisa del mecanismo de generación de la presión en tres etapas para la interacción láser-material:

- 1) Durante la primera etapa (cuando el láser está encendido), la energía del láser se deposita en la interfaz entre el objetivo y el material transparente (fig. 10). La presión generada por el plasma induce dos ondas de choque (con velocidades D_1 y D_2) que se propagan en el interior del objetivo y en los materiales de confinamiento. Debido al movimiento de

material detrás de las dos ondas de choque, una L de apertura de la interfaz se produce y aumenta su espesor.

- 2) Cuando el láser está apagado, el plasma continúa para mantener una presión que disminuye durante su enfriamiento adiabático debido al aumento de la interfaz de plasma.
- 3) Por último, durante tiempos más largos, después de la recombinación completa del plasma, la expansión del gas caliente dentro de la interfaz añade más momento mecánico hacia el material.

Además, si se considera el plasma como un gas perfecto y se introduce un factor de corrección α correspondiente a una relación térmica de la energía interna ($\alpha = 1$, para un gas perfecto), y se usan las ecuaciones para la evolución de la longitud de plasma ($dL(t)/dt$) y de conservación de la energía, se puede demostrar que la ley de escala para la presión P está dada por [23]:

$$P = A \left(\frac{\alpha}{2\alpha + 3} \right)^{1/2} Z^{1/2} I^{1/2} \dots\dots\dots [1]$$

Donde A es una constante, Z es la impedancia de choque reducida del material objetivo y el medio de confinamiento e I es la intensidad del láser absorbida.

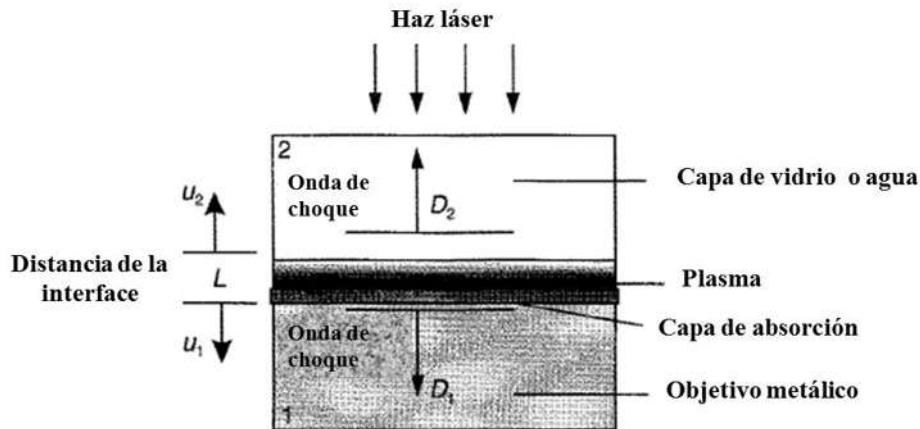


Figura 10. Geometría del conjunto material-láser durante el impacto con láser.

1.3.1.3 Aspectos mecánicos del tratamiento por choque láser

Como se señaló anteriormente, enfocando un haz de láser de alta potencia en un blanco metálico induce, a través de un plasma en la superficie, una presión de compresión y sistemas de ondas de choque resultantes de la deformación plástica local. Por lo tanto, los efectos por choque láser se

pueden comparar con los de granallado (pequeñas partículas que impactan un blanco a alta velocidad), es decir, un endurecimiento local relacionado con la generación y el desplazamiento de defectos (dislocaciones); modificación de la superficie con un aumento en rugosidad y, sobre todo, un campo de tensiones residuales de compresión. La magnitud de este campo de esfuerzos se asocia generalmente con grandes mejoras en los límites de fatiga de las estructuras. Diagramas de fatiga pueden fácilmente explicar esta influencia combinada del campo de tensión residual, rugosidad y endurecimiento local. Los primeros estudios sobre el impacto láser consideraban sólo sus efectos mecánicos a través de medidas de dureza o mejoras en la resistencia a la fatiga en muestras planas de 3 a 5mm. Recientemente, el desarrollo de métodos de medición de esfuerzos residuales (difracción de rayos-X, método de hole drilling) y modelos analíticos, han permitido una mejor evaluación del estado mecánico superficial y la optimización real del tratamiento.

1.3.1.4 Esfuerzos residuales inducidos por choque láser

Los efectos mecánicos de la interacción de una onda de tensión inducida por láser local en un metal dependen principalmente de si el objetivo se encuentra con o sin una capa de absorción. Sin el recubrimiento (capa de absorción), los efectos térmicos dominan; la zona calentada es compresivamente plastificada por el material circundante durante su dilatación. Sin embargo, si se cubre el material con una capa de absorción (laminilla metálica o pintura) se logra presentar la sublimación y efectos térmicos, creando así un efecto mecánico en el interior del objeto metálico. Este resultado se observa en el volumen afectado por la onda de choque que es plásticamente deformada durante su propagación, fig. 11(a). El material circundante se opone a este esfuerzo y por lo tanto se inducen esfuerzos residuales de compresión biaxiales en un plano paralelo a la superficie, fig. 11(b). Este campo de compresión es benéfico para las propiedades mecánicas superficiales tales como el incremento de resistencia a la fatiga, al desgaste y corrosión.

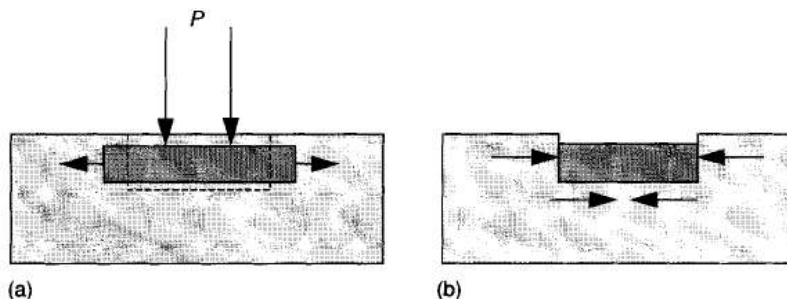


Figura 11.- Principio de la generación de esfuerzos residuales de compresión con tratamiento por impacto láser (con capa), (a) durante la interacción y (b) después de la interacción [23].

1.3.2 Tratamiento superficial por chorro de agua (WJP, *Water Jet Peening*)

El tratamiento por chorro de agua es un proceso controlado que genera esfuerzos residuales de compresión en la superficie y sub-superficie. Este tratamiento ha sido desarrollado para mejorar la resistencia a la fatiga de los materiales como un método alternativo al proceso de granallado convencional. Esta técnica es relativamente fácil de utilizar, debido al bajo número de variables que afectan el proceso. Además, esta técnica puede ser capaz de tratar superficies con geometría compleja y en áreas difíciles de acceder. A diferencia del granallado, en el proceso por chorro de agua se obtienen efectos benéficos como resistencia a la fatiga y resistencia a la corrosión; WJP es un proceso altamente flexible que al mismo tiempo puede ser usado junto con otros procesos de remoción de material. Los parámetros que afectan los resultados en esta técnica son: la geometría de la boquilla, la presión del chorro de agua, la distancia de trabajo y la duración del proceso [24-25].

Se ha reportado que el flujo de agua de alta presión debajo de 150MPa tiene los mismos efectos de deformación que un granallado convencional. En el proceso de chorro de agua se puede variar tanto la presión, el tiempo de exposición, el tipo de boquilla y la distancia y ángulo entre boquilla y superficie a tratar. La mayoría de los procesos superficiales no solamente afecta las capas sino también alteran la superficie con irregularidades microestructurales tales como rugosidades y concentración de esfuerzos los cuales reducen el límite a la fatiga de los materiales. Las aplicaciones por chorro de agua aplican desde limpieza hasta corte en diferentes campos como la construcción, mantenimiento e industrias manufactureras [25].

1.3.2.1 Mecanismo de funcionamiento por chorro de agua

El mecanismo por chorro de agua es esencialmente debido a un choque de gotas de agua sobre la superficie. Estas gotas generan una distribución de presión superficial, produciendo picos con carga que exceden el límite de fluencia del material. Estos picos con alta energía inducen deformación plástica localizada, el cual se limita por el material circundante induciendo así altos esfuerzos residuales de compresión en la superficie. Como las gotas del chorro son responsables de generar altos esfuerzos residuales de compresión en las superficies tratadas, es importante

identificar la región tratada en la estructura del chorro y luego emplear esta región para el tratamiento de las superficies con chorros de agua.

1.3.2.2 Estructura del chorro de agua

La estructura del chorro de agua se compone de tres regiones diferentes cada una con características sustancialmente diferentes de chorro (fig. 12). En la región inicial que existe justo debajo de la boquilla, el chorro tiene características de flujo continuo. Cuando la superficie de trabajo se encuentra en esta región, el chorro genera presión dinámica axial constante con picos de carga muy por debajo del límite de elasticidad del material. Por lo tanto, esta región no es adecuada para el granallado por agua, ya que no provoca ninguna deformación plástica en el material. La región inicial es seguida por la región principal donde el chorro continuo de agua se desintegra en gotas. El impacto de estas gotas provoca picos de carga, que a su vez inducen deformación plástica local, en la superficie en el punto de impacto.

Como se ha descrito anteriormente, este fenómeno particular es responsable de la mejora de las tensiones residuales de compresión en la superficie. La tercera región, conocida como región difusa, las gotas se dispersan sobre un área mayor, esta región resulta no útil para el endurecimiento de superficies. Por lo tanto, es muy importante localizar la superficie de trabajo en la región de gotas para granallado de superficies con agua. Como la región de gotas depende de varios parámetros del proceso tales como la presión del chorro, la geometría de la boquilla y la duración de granallado, es necesario comprender la influencia de estos parámetros en el granallado por chorro de agua.

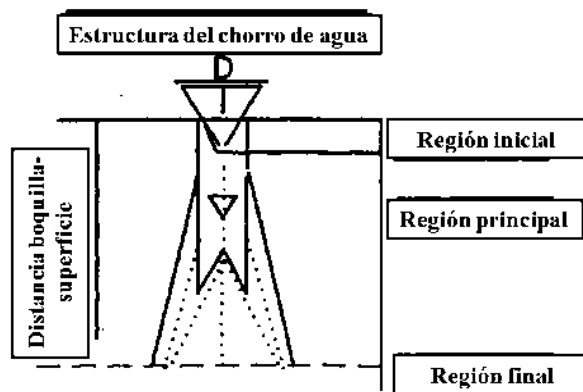


Figura 12.- Perfil del chorro de agua [26].

Los diferentes parámetros del proceso tales como: geometría de la boquilla, la presión del chorro, distancia boquilla-superficie, ángulo y duración de granallado; influyen en los resultados obtenidos con granallado por chorro de agua. Para cualquier conjunto dado de condiciones tales como la presión del chorro, la distancia boquilla-superficie y el ángulo de granallado, la duración del proceso es el que puede afectar el proceso de manera significativa (fig. 13) y su efecto se puede estimar usando la siguiente relación:

$$t_s = \alpha / V_T \text{[2]}$$

Donde t_s es la duración la duración de granallado, α es la anchura del chorro de agua y V_T es la velocidad de alimentación de la boquilla.

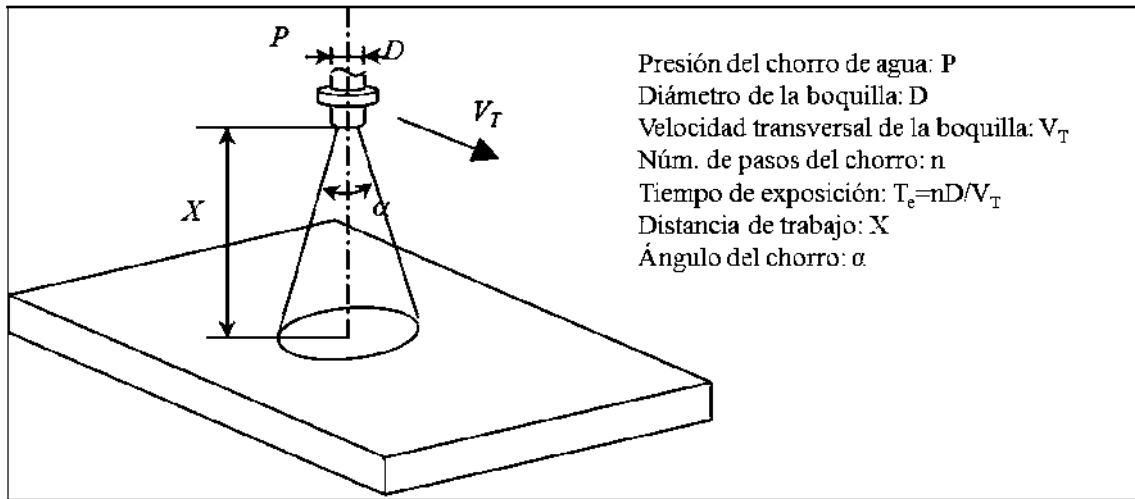


Figura 13.- Representación esquemática de los parámetros involucrados en el proceso de chorro de agua.

Algunas de las geometrías de boquillas son: boquillas redondas, boquillas planas y boquillas de corte empleados para el granallado por chorro de agua (fig. 14). Entre las diferentes geometrías, la boquilla redonda con orificios cónicos y cilíndricos es utilizada para el estudio de la influencia de las características del chorro en casos para especímenes de acero endurecido tratados con chorros de agua. Una duración de granallado en el rango de 5-15 segundos y una presión de 75 MPa son empleados para este propósito.

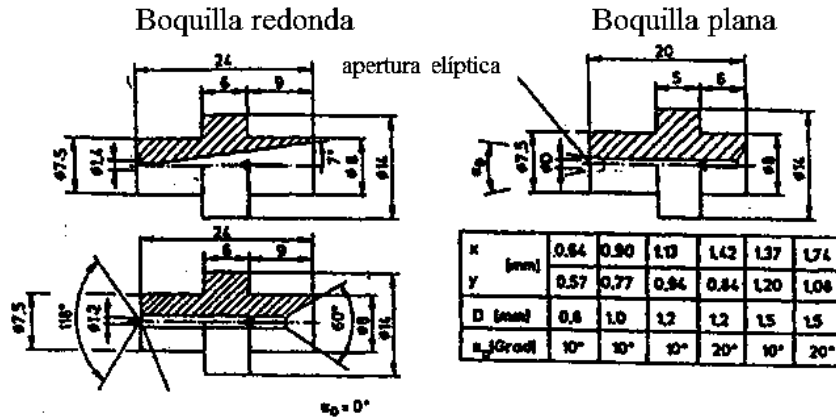


Figura 14.- Tipos de boquillas empleados por chorro de agua.

En el caso de boquillas redondas con agujero cónico (tipo 1), el nivel máximo de tensiones residuales de compresión incrementa de -350 a -500 MPa para un diámetro de boquilla de 1,4 mm. En el caso de boquillas redondas con agujero cilíndrico, los niveles de esfuerzos aumentan de -400 a -550 MPa para un diámetro de boquilla de 1,2 mm.

A continuación, en la tabla I.2 se presentan los efectos inducidos por diferentes tratamientos mecánicos superficiales con respecto a las propiedades subsuperficiales en materiales metálicos. De la tabla podemos observar algunos de los efectos más importantes creados, por ejemplo, en el proceso de chorro de agua se pueden crear rugosidades de $\approx 1-2 \mu\text{m}$, una densidad de dislocaciones media y muy poco trabajado en frío debido al poco alcance sobre la superficie. En el proceso por láser encontramos mayor profundidad de esfuerzos residuales en comparación con chorro de agua, una rugosidad relativamente igual y mucho menor trabajado en frío.

Tabla I.2.- Efectos de tratamientos mecánicos superficiales y sus propiedades [25].

Técnica	Cantidad de esfuerzos residuales	Densidad de dislocaciones	Velocidad de deformación estimada	Incremento de la microdureza superficial	Máxima profundidad	Rugosidad superficial	Trabajado en frío
Rolado (baja presión)	$\approx \sigma_y$	Bajo-Medio	$<10^2 \text{ s}^{-1}$	$<60\%$	$<0.1 \text{ mm}$	$\approx 1 \mu\text{m}$...
<u>Chorro de agua (WJP)</u>	$\approx \sigma_y$	<u>Bajo-Medio</u>	<u>$\approx 0.1 \text{ mm}$</u>	<u>$1-2 \mu\text{m}$</u>	<u>$<10\%$</u>
Granallado	$\approx \sigma_y$	Muy alto	10^3-10^4 s^{-1}	150% AISI 304 60% SAE 1045	0.3 mm	4-8 μm	5-50%
Endurecimiento por explosión	$\approx \sigma_y$	Muy alto	...	80%	0.3-0.8 mm	$<5 \mu\text{m}$...
Granallado por Ultrasonido	$\approx \sigma_y$	Alto	0.8 mm	$\gg 5 \mu\text{m}$...
Granallado por Gravitacional	$\approx \sigma_y$	Alto	10^3-10^4 s^{-1}	...	0.8 mm	$\gg 5 \mu\text{m}$	10%
<u>Proceso Láser (LSP)</u>	$\approx \sigma_y$	<u>Medio</u> <u>$\frac{2,6 \times 10^{11}}{6,2 \times 10^{10} \text{ cm}^2}$</u>	<u>10^5 s^{-1}</u>	<u>40% 2024</u> <u>Al 2mm</u> <u>30% 7075</u> <u>Al</u> <u>92% AISI 316L</u> <u>80% acero al carbono</u>	<u>2 mm</u>	<u>$1-5 \mu\text{m}$</u>	<u>1-2 %</u> <u>7%</u> <u>(Fe-3Si)</u> <u>10-20%</u> <u>(Ti-6Al-4V)</u>
				<u>130% acero sobre-envejecido</u>			
Rolado profundo	$\approx \sigma_y$		$<10^2 \text{ s}^{-1}$	60%	3 mm	$\leq 1 \mu\text{m}$	$>20\%$

1.4 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

1.4.1 Termoelectricidad

La termoelectricidad se considera como rama de la termodinámica superpuesta a la electricidad donde se estudian fenómenos en los que interviene el calor y la electricidad, el fenómeno más conocido es el de electricidad generada por la aplicación de calor a la unión de dos materiales diferentes. Este es generado por una diferencia de temperatura en un cambio de voltaje, el cual es generado por una diferencia de temperatura entre las uniones de dos materiales diferentes, utilizando el “efecto Seebeck”. Este fenómeno fue observado por primera vez en 1821 por el físico alemán Thomas Seebeck, y se conoce como efecto Seebeck. El efecto Seebeck se muestra en tres diferentes configuraciones (fig. 15), donde a partir de un gradiente térmico en la unión de dos materiales se genera corrientes termoeléctricas y campos magnéticos.

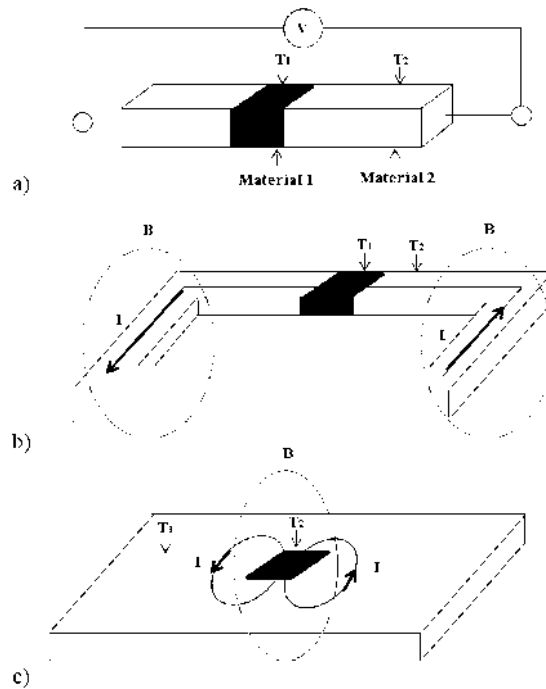


Figura 15.- Efecto Seebeck en diferentes configuraciones: (a) alambre delgado, (b) circuito cerrado y (c) placa.

Como se mencionó anteriormente, la termoelectricidad es la fuerza electromotriz producida en uno o varios materiales debido a la existencia de un gradiente de temperatura. Si bien se conocen tres efectos termoeléctricos reversibles que tienen lugar en cualquier dispositivo termoeléctrico, sólo uno de ellos, el efecto Seebeck, es el responsable de la generación de corriente en el

dispositivo. El efecto Peltier está ligado al efecto Seebeck por las relaciones de Thomson, y el efecto Thomson toma en consideración y amplía a los otros dos. Por lo tanto, en una modelización matemática exhaustiva de la generación eléctrica en materiales termoeléctricos se verán reflejados los tres efectos.

1.4.2 Efecto Seebeck

En 1821 el físico alemán Thomas Johann Seebeck (1770-1831) encontró que un circuito conformado por la unión de dos metales distintos deflectaba la aguja de una brújula al colocar a distintas temperaturas las uniones fundidas entre dos metales.

Solo dos años antes Hans Christian Oersted (1777-1851) había descubierto que la circulación de una corriente a través de un conductor tenía efectos similares sobre la aguja de una brújula. Éste hecho, sumado a los estudios posteriores por Ampere, Biot, Savart y Laplace sobre la interacción de una corriente eléctrica y el campo magnético, llevó a Oersted a rebautizar el fenómeno originalmente denominado termomagnetismo por Seebeck, como Termoelectricidad [23].

Oersted comprendió que era una diferencia de potencial eléctrico lo que la diferencia de temperaturas inducía sobre el circuito. Más aún, la relación entre el voltaje generado y la diferencia de temperaturas se demostró de manera lineal, es decir, es directamente proporcional a la diferencia de temperatura para generar el voltaje y caracterizada por el denominado coeficiente Seebeck o poder termoeléctrico, ϵ .

1.4.2.1 Análisis cualitativo

El efecto Seebeck puede explicarse en términos de la teoría de electrones libres en metales. Según esta aproximación, los electrones en un metal se mueven al azar, sin sufrir el efecto de fuerza neta alguna, al estar rodeados por otros iones en forma simétrica. Cerca de la superficie del material, la situación es diferente, debido a la rotura de la simetría. Sí ahora se colocan dos materiales formando una juntura, la diferencia en densidades electrónicas a ambos lados de la interfase se traduce en una fuerza neta sobre los electrones, que tienden a moverse del material con mayor densidad a aquel con menos. Este flujo de electrones induce la aparición de un campo eléctrico y consecuentemente de una diferencia de potencial en la juntura.

Consideremos ahora un circuito formado por dos de estas uniones puestas en serie, en lo que comúnmente se denomina termopar. Si la temperatura de las dos uniones que conforman el termopar es la misma, los campos eléctricos formados en cada unión tendrán igual modulo, pero signos distintos, por lo que la diferencia de potencial a lo largo de todo el circuito será nula. Si por otro lado, una de las uniones está a mayor temperatura, los electrones de la unión más caliente vibrarán más y el campo eléctrico generado en esta unión será distinto (mayor) al generado en la unión a menor temperatura. De esta manera, la diferencia de temperaturas entre las uniones se evidencia como una diferencia de potencial en el circuito.

Matemáticamente expresamos el coeficiente Seebeck como:

$$\alpha = \frac{\partial V}{\partial T} \text{ -----}[3]$$

En otros términos, el coeficiente Seebeck relaciona de manera proporcional la diferencia de temperatura entre las uniones de dos materiales y el voltaje que esta diferencia de temperatura genera.

1.4.3 Efecto Peltier

Jean Charles Athanase Peltier (1785-1845), encontró que la circulación de corriente a través de un circuito conformado por dos metales distintos puede emitir o absorber calor en la unión de los mismos, dependiendo de la dirección de la corriente. La cantidad de calor absorbida o emitida en la unión resulta proporcional a la corriente eléctrica mediante el coeficiente Peltier, π . Al igual que Seebeck, la interpretación original de Peltier fue errónea, argumentando la invalidez del efecto Joule a bajas corrientes. La correcta interpretación del fenómeno llegaría en 1838, en un trabajo por Emily Lenz (1804-1865).

1.4.3.1 Análisis cualitativo

Como se discutió en la sección correspondiente al efecto Seebeck, existe un campo eléctrico en la unión entre dos materiales distintos. Cuando una fuente externa induce un flujo electrónico en el sentido del campo eléctrico, los electrones deben transformar energía cinética en energía potencial. Un movimiento más lento de los electrones, puede visualizarse como en una disminución de la temperatura. Si por el contrario, los electrones se mueven en sentido contrario,

su velocidad aumenta por efecto del campo eléctrico extra. Este aumento de la velocidad electrónica puede verse nuevamente como un aumento de la temperatura.

1.4.4 Efecto Thompson

Otros veinte años debieron pasar para que William Thompson desarrollara explicaciones detalladas de los efectos Seebeck y Peltier, describiendo la interrelación termodinámica entre ambos. Thompson predice además la existencia de un tercer efecto termoeléctrico, hoy conocido como efecto Thompson en el cual se absorbe o emite calor cuando una corriente recorre un material en el que existe un gradiente de temperaturas. En este caso la cantidad de calor asociada es proporcional a ambos, el gradiente térmico y la corriente circulante, a través del coeficiente Thompson.

1.4.4.1 Análisis cualitativo

El efecto Thompson implica la aparición de un flujo de calor al circular una corriente a través de un gradiente de temperatura en un material. Supongamos un conductor por el cual circula una corriente de calor, más no una corriente eléctrica. Esto induce la aparición de una distribución de temperaturas en el material, gobernada por los coeficientes cinéticos. Supongamos ahora que cada punto del material es conectado a un baño térmico de igual temperatura. La igualdad de temperaturas entre el material en cada punto y el baño correspondiente implica que no habrá intercambio de calor entre éstos y el material. Si ahora se inyecta una corriente eléctrica, ocurrirá un intercambio de energía entre el material y los alrededores [25].

1.5 POTENCIAL TERMOELÉCTRICO: TÉCNICA DE CONTACTO

Esencialmente todos los métodos termoeléctricos de caracterización no destructiva (END) están basados en el efecto Seebeck el cual es generalmente utilizado en termopares para la medición de temperatura en la unión entre dos materiales conductores disímiles [27]. El diagrama esquemático de la medida del potencial termoeléctrico (PTE) de contacto en la caracterización no destructiva de materiales se muestra en la fig. 16, uno de los electrodos de referencia es calentado utilizando una corriente eléctrica a una temperatura preestablecida T_h , la temperatura de esta punta es establecida mientras que la otra permanece fría 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 está dado por:

$$V = \int_{T_c}^{T_h} [S_S(T) - S_R(T)] dT = \int_{T_c}^{T_h} S_{SR}(T) dT \quad \text{----- [4]}$$

Donde T es la temperatura, 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:

$$S_{SR} = S_S - S_R \quad \text{----- [5]}$$

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:

$$V \approx (T_h - T_c) S_{SR} \quad \text{----- [6]}$$

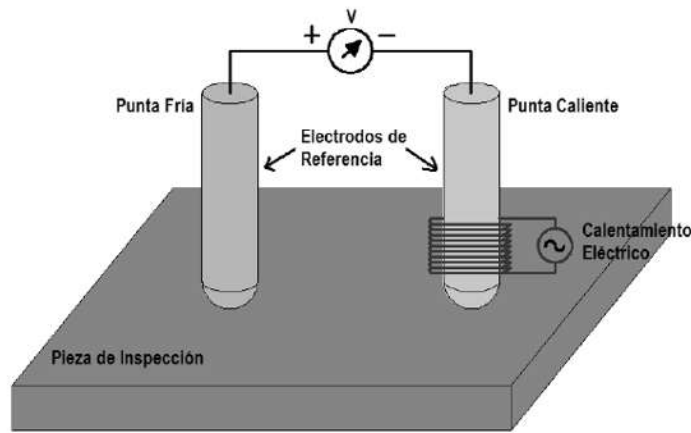


Figura 16.- Diagrama esquemático de la medición termoeléctrica de contacto.

El poder termoeléctrico (PTE) intrínseco de los metales es sensible a una amplia variedad de propiedades de los materiales. Claramente, la composición química tiene el mayor efecto en las propiedades termoeléctricas dentro del campo de caracterización de materiales [28]. Sin embargo, materiales metálicos con la misma composición química pueden también dar lugar a una variación del PTE como resultado de diferentes tratamientos térmicos, procesos de precipitación,

crecimiento de grano, restauración (maquinado), textura etc., pueden ser explotados por algunas de las técnicas de END [29].

Como se mencionó anteriormente, la suposición fundamental en los END por termoelectricidad es que la medición de voltaje puede ser incierta algunas veces debido a las variaciones de temperatura en el contacto, los materiales idénticos no producen voltaje termoeléctrico. Sin embargo, el inherente contacto entre el espécimen y el electrodo de referencia puede producir una característica señal termoeléctrica, aún si los electrodos para la medición son de un material muy similar al del espécimen. Esta compensación termoeléctrica puede ser reducida más no eliminada, reduciendo la resistencia térmica y eléctrica entre el espécimen y el electrodo de referencia.

1.6 POTENCIAL TERMOELÉCTRICO: TÉCNICA DE NO CONTACTO

La fiabilidad de las mediciones termoeléctricas por no contacto dependen principalmente de la sensibilidad del magnetómetro. Afortunadamente, como resultado de los recientes avances tecnológicos en los sensores magnéticos de alta sensibilidad, el estado del arte de magnetómetros tales como el detector GMR (*Giant Magneto-Resistive*), los detectores SDP (*Spin Dependent tunneling*), Fluxgates y, especialmente, los magnetómetros SQUID (*Superconductive Quantum Interference Device*), se ha vuelto factible para llevar a cabo mediciones que van de 1 pT hasta 10 pT en frecuencias del orden de 0.1 Hz y 20 Hz. La fig. 17 muestra el espectro típico de ruido entre 0.1 Hz y 20 Hz para varios sensores magnéticos disponibles en el mercado. Por supuesto, que la fuerza del campo magnético depende en gran medida de la naturaleza física y de las dimensiones de la imperfección. En comparación, con un gradiente de temperatura ($\approx 1-10$ °C/cm) muchas de las inhomogeneidades producen densidades de flujo magnético alrededor de $10 - 10^5$ pT [35]. Con tal sensibilidad, la detección de corrientes termoeléctricas por no contacto conducirá indudablemente a numerosas aplicaciones dentro de los END en particular, la adaptación de magnetómetros SQUID para la detección de corrientes termoeléctricas por medio de la técnica de no contacto. Aunque la viabilidad de esta técnica completamente nueva en estas aplicaciones no ha sido estudiada todavía con suficiente detalle científico y muy pocos resultados analíticos y experimentales han sido publicados en la literatura abierta, queda muchísima prueba, que aun en su infancia, la técnica propuesta trabaja muy bien en todas estas aplicaciones [36].

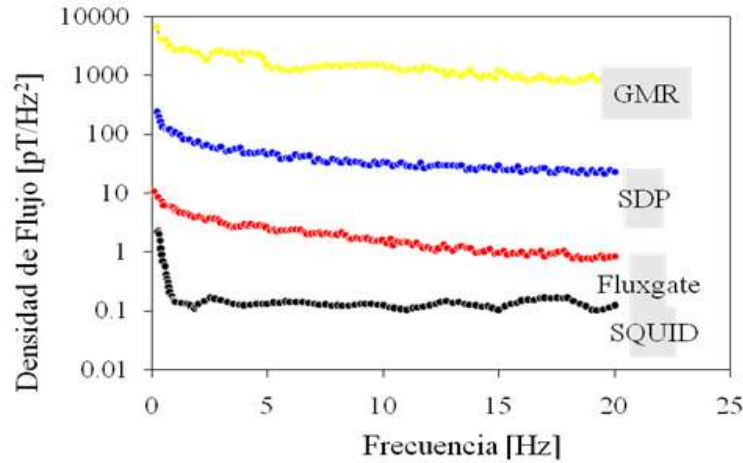


Figura 17.- Espectro típico de ruido para algunos sensores magnéticos.

Los sensores Fluxgate miden la fuerza absoluta alrededor del campo magnético en una frecuencia entre DC y menos de 100Hz. El sensor en si consiste en un núcleo ferromagnético de alta permeabilidad con una bobina primaria que periódicamente satura el núcleo. La respuesta del campo es detectada por una bobina de compensación opuesta a la bobina primaria. El Fluxgate utiliza una señal filtrada de la frecuencia de excitación del núcleo. Esta señal que es una señal filtrada por medio de un filtro pasa bajas, sincrónicamente detecta y controla la corriente de retroalimentación que fluye en el campo de la bobina de compensación, resultando en un voltaje proporcional a esta corriente que es digitalizada como la lectura del campo magnético externo a lo largo de los ejes magnéticos del sensor [38]. El principio de operación del magnetómetro Fluxgate es basado en la ley de Faraday, dada por:

$$V = - \frac{d\phi}{dt} \text{[7]}$$

donde:

$$\phi = \int_{\text{superficie}} \vec{B} \cdot dA \text{[8]}$$

Donde V representa el voltaje inducido que es proporcional a la tasa de cambio de la densidad de flujo magnético dado por $(d\phi / dt)$.

1.6.1 Unidades de control de temperatura

El líquido utilizado para poder generar el gradiente de temperatura es agua destilada, se utiliza un equipo (*Thermo NesLab EX7*) que tiene la función de aumentar la temperatura del líquido y por

otro lado la unidad *Thermo Neslab RTE 7* sirvió como enfriador, fig. 18. Estas unidades son de temperatura programable, y tienen un flujo de salida de 5 lt/min. Las temperaturas que se utilizaron para obtener el gradiente fueron de +20°C para la unidad refrigerante y de +45°C para la unidad calefactora. Con estas temperaturas, en teoría se tendría un gradiente de temperatura de $(45-20)/2\text{cm} = 12.5^\circ\text{C}/\text{cm}$.



Figura 18.- Unidades de control de temperatura.

Haciendo uso de un termopar tipo K se tomaron lecturas de temperatura en ambos extremos de cada una de las probetas obteniendo las temperaturas en tiempo real, para el extremo caliente fue de +35°C y para el extremo frío se tuvo una temperatura de +15°C, obteniendo un gradiente de temperatura de $(35^\circ\text{C}-15^\circ\text{C})/2\text{cm}=10^\circ\text{C}/\text{cm}$. Esta diferencia de temperatura se debe a la “pérdida” de calor por fenómenos de radiación y conducción del material y sus alrededores.

1.6.2 Filtro para señales del magnetómetro

La mayoría de la interferencia magnética de corriente alterna ocurre a una frecuencia de 60 Hz estas señales fueron efectivamente eliminadas por un filtro pasa bajas (6 polos de 20 Hz de frecuencia). Estos métodos basados en el espectro de frecuencias de señales magnéticas dañinas no pueden ser aplicados para reducir señales extrañas en el rango de frecuencia en el cual las señales termoelectricas son detectadas, entre 0.01 Hz y 20 Hz. En este rango se pueden separar la señal magnética deseada de señales de ruido no deseadas basadas en su dependencia espacial en vez de temporal. El equipo utilizado para llevar a cabo el corte de las frecuencias no deseadas se muestra en la fig. 19.



Figura 19.- Filtro (pasa bajas, pasa altas y pasa banda) y acondicionador de la señal.

El equipo *Stanford Research Systems Low Noise Preamplifier* Modelo SR560, utilizado para filtrar la señal obtenida del experimento de termoelectricidad de no contacto cuenta con características muy particulares como son:

- Ajuste para la determinación del tipo de filtro (Pasa bajas, Pasa banda, Pasa altas).
- Determinación de la ganancia del filtro (1, 10, 20, 50,100).
- Selección de frecuencia de corte para el filtro (pasa bajas, pasa altas o pasa banda).
- Ajuste para el acoplamiento de la señal como lo puede ser AC, CD, GND.
- Así como el canal de salida de la señal A, B, A+B.

1.6.3 Magnetómetro

Para llevar a cabo la detección de las diferentes densidades de flujo producidas por las corrientes termoelectricas generadas alrededor de las diferentes muestras tratadas superficialmente mediante los dos métodos se utilizó un magnetómetro. El sensor de flujo magnético que se utilizó fue un *Fluxgate Bartington* modelo *Mag-03IE*, el cual es un sensor de campo magnético de tres ejes, este sensor tiene una cubierta cilíndrica de alúmina, un rango de operación de temperaturas que van de -40°C a $+70^{\circ}\text{C}$, y una sensibilidad de $\pm 70\mu\text{T}$, fig. 20. El sensor es conectado a una fuente de poder *Mag-03PSU (Power Supply Unit)* que lo energiza con un voltaje de $\pm 9\text{ V}$, como este es un sensor de tres ejes para nuestro experimento solamente se utilizó uno para realizar la adquisición de los datos de los campos magnéticos generados en las inclusiones.



Figura 20.- Sensor de campo magnético (*Fluxgate Bartington*).

Las señales magnéticas a ser detectadas son generadas en la interfase metal tratado superficialmente-metal base, el magnetómetro utilizado tiene una sensibilidad de $10 \mu\text{T/V}$ con dicha sensibilidad es posible detectar densidades de flujo magnético del orden de los 20nT . En nuestro caso se utilizó una distancia sensor-superficie de la probeta de 2 mm de distancia, cabe mencionar que estas distancias sensor-superficie del material tienen una correlación directa con las densidades de flujo magnético producidas por defectos superficiales y sub superficiales en los materiales.

La medida del potencial termoeléctrico, utilizando la técnica de no contacto se lleva a cabo mediante un magnetómetro Fluxgate (fig. 21) polarizado en dirección tangencial, ya que el campo magnético generado es perpendicular al flujo térmico y paralelo a la superficie y a la zona tratada (normal a la superficie) tal como se muestra en la figura. La probeta tratada superficialmente se coloca entre dos soportes de Cu puro, los cuales están a $20 \text{ }^\circ\text{C}$ y $45 \text{ }^\circ\text{C}$; generando un gradiente de temperatura de $12.5 \text{ }^\circ\text{C/cm}$ lo cual es más que suficiente para generar señales magnéticas en las aleaciones bajo estudio.

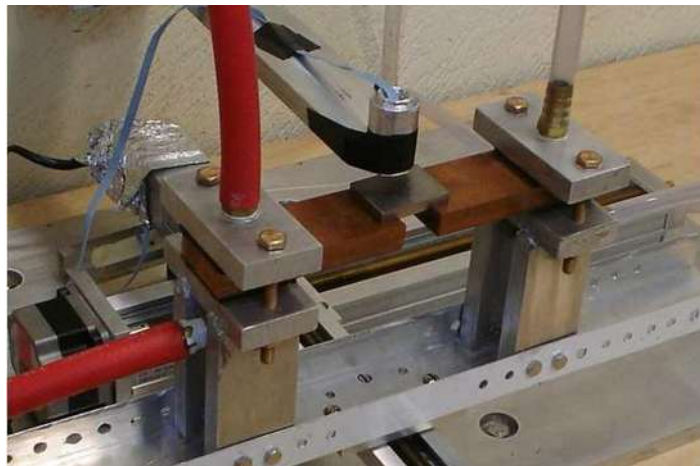


Figura 21.- Magnetómetro para medición de la densidad de flujo magnético: técnica de no contacto.

Cuando las variaciones de las propiedades de un material ocurren en la superficie o muy cerca de ella tales como esfuerzos residuales, textura, daño por fatiga, deformación plástica; pueden ser detectadas eficazmente y con mejor sensibilidad utilizando el material base intacto como electrodo de referencia. Este procedimiento denominado medida del PTE de no contacto no solamente facilita un material de referencia ideal si no que automáticamente elimina cualquier posible problema de contacto entre electrodo de referencia y la probeta. Recientemente se ha demostrado que las medidas de PTE se pueden realizar sin contacto entre electrodo-probeta mediante el uso de un detector magnético de alta sensibilidad que registra las corrientes termoeléctricas alrededor de inclusiones y otro tipo de discontinuidades cuando la probeta a inspeccionar esta sujeta a un flujo de calor direccional [30]. La fig. 22 muestra un diagrama esquemático de la técnica de PTE de no contacto para la evaluación no destructiva de cambios microestructurales en materiales. Esta novedosa técnica consiste en aplicar un calentamiento o enfriamiento externo a la probeta lo cual producirá un gradiente de temperatura en la zona a inspeccionar. Como resultado, diferentes puntos en el límite entre el material base intacto y la zona afectada deberán estar a diferentes temperaturas por lo que también tendrán diferentes valores de PTE. Esta diferencia de potencial producirá corrientes termoeléctricas locales en la zona afectada en la dirección del flujo de calor, los cuales generan una densidad de flujo magnético \vec{B} detectable por un magnetómetro para su posterior análisis.

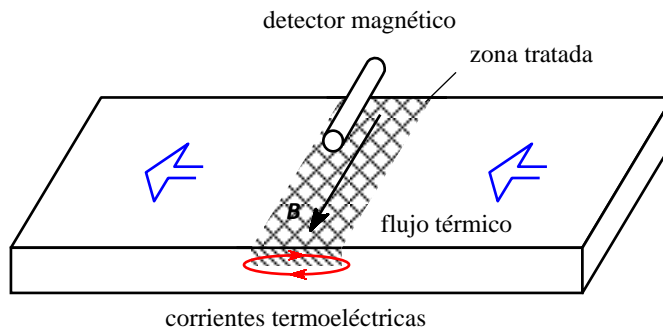


Figura 22.- Diagrama esquemático de la detección de imperfecciones en materiales metálicos por medio del registro magnético de corrientes termoeléctricas [37].

De particular interés en el presente trabajo de investigación es la bien conocida dependencia del poder termoeléctrico con los esfuerzos residuales. Esto fue reportado por Kropschot y Blatt [28] (fig. 23) quienes obtuvieron un diferencial de poder termoeléctrico a partir de un termopar hecho

de un alambre de cobre puro recocido como material de referencia unido a un alambre puro de cobre laminado en frío. Este resultado indica que los niveles de trabajado en frío encontrados en el alambre laminado, que presenta endurecimiento, textura y tensiones residuales produjeron una considerable variación en el PTE [30].

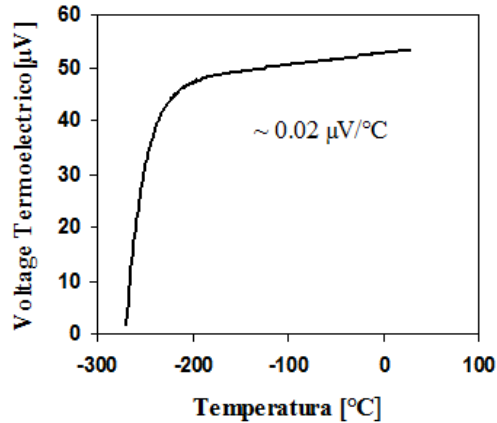


Figura 23.- Voltaje termoeléctrico producido por una termocupla formada por cables de cobre puro laminado y recocido [28].

En la siguiente investigación se van estudiar los procesos de chorro de agua WJP y láser LSP, los cuales generan esfuerzos residuales, trabajado en frío, rugosidad y textura. Lo cual es importante para aplicaciones donde se requiere un aumento del límite de fluencia para aplicaciones como implantes en el área médica. De acuerdo a la fig. 24, se demuestra esquemáticamente que en el proceso láser se genera mayor profundidad de esfuerzos residuales y menor efecto de trabajado en frío debido al proceso en sí. Por otro lado, la técnica de chorro de agua posee mayor cantidad de trabajado en frío pero a una menor profundidad de esfuerzos residuales. En ambos casos se incrementa la resistencia a la fatiga como se observa esquemáticamente.

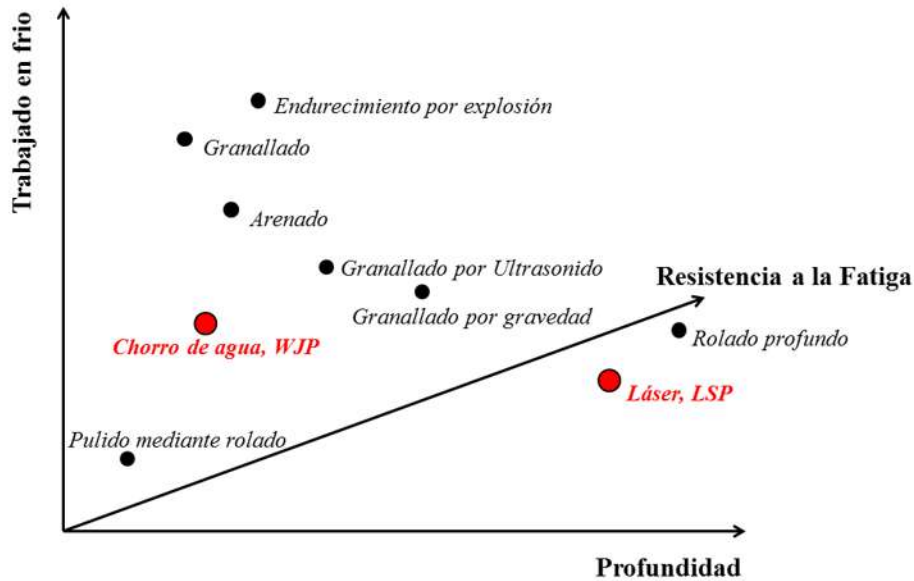


Figura 24.- Efectos de diferentes tratamientos mecánicos superficiales como trabajado en frío, profundidad y resistencia a la fatiga [39].

1.7 TÉCNICA DE DIFRACCIÓN DE RAYOS-X PARA MEDICIÓN DE ESFUERZOS RESIDUALES Y TRABAJADO EN FRÍO

La difracción de rayos-X es una técnica muy versátil, es no destructiva y mide los esfuerzos macro y micro en la red cristalina. Mediante difracción de rayos-X se puede medir el esfuerzo en la red cristalina, suponiendo una distorsión elástica creada por procesos y tratamientos que afectan el ordenamiento cristalino. La medición se realiza colocando la muestra en el difractómetro, exponiéndola a rayos-X que interactúan con la red cristalina para generar un patrón de difracción. Los rayos-X son producidos cuando partículas eléctricamente cargadas, tales como electrones, con suficiente energía cinética son rápidamente desacelerados. Cuando un rayo-X alcanza la superficie de un cristal a cualquier ángulo Θ , una porción es dispersada por la capa de átomos de la superficie (fig. 25). La porción no dispersada penetra en la segunda capa de átomos donde otra vez una fracción es dispersada y la que queda pasa a la tercera capa. El efecto acumulativo de esta dispersión desde los centros regularmente espaciados del cristal es la difracción de haz.

La técnica de difracción de rayos-X realmente es una técnica de medición indirecta porque lo que verdaderamente mide es la deformación interpretada como la variación en la distancia interplanar relativa entre planos cristalinos, esta deformación causa cambios en el espaciamiento reticular

desde su valor libre de esfuerzos a un nuevo valor que corresponde a la magnitud del esfuerzo aplicado. Un material está libre de esfuerzos cuando el valor de la distancia interplanar es independiente de la orientación de estos planos con respecto a la muestra (deformación $\epsilon=0$), ver fig. 25(a). En cambio en un material tensionado la deformación será función de la orientación del plano respecto de la tensión α [31]. De la Ley de Bragg se puede deducir la expresión de la deformación en función del ángulo de difracción:

$$E = \Delta d / d = -\cot \theta \Delta \theta \text{ ----- [9]}$$

Es decir una variación del espaciado cristalino Δd se traduce en un desplazamiento del pico de difracción $\Delta 2\theta$. Dicho desplazamiento es tanto mayor cuanto más grande sea el ángulo de difracción, debido al factor $\cot \theta$. En la práctica esto lleva a utilizar ángulos de Bragg grandes ($2\theta > 120$ para obtener una mayor precisión. [31].

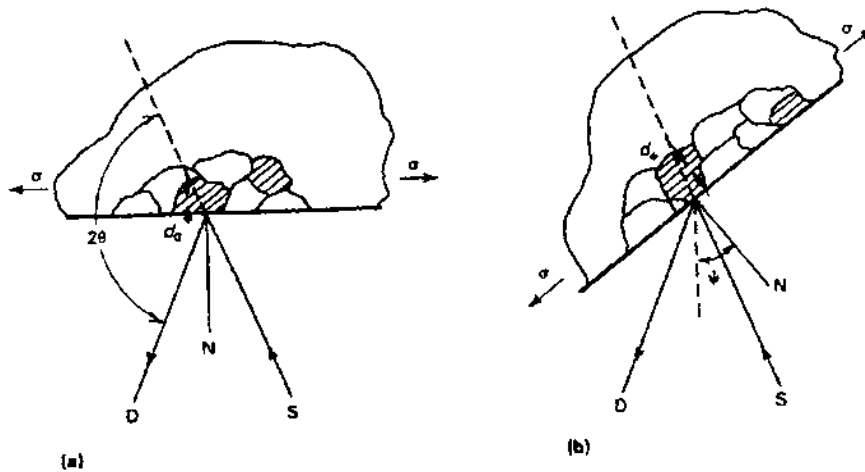


Figura 25.- Principios de difracción de rayos-X para la medición de esfuerzos residuales. (a) Muestra libre de esfuerzos, (b) muestra con esfuerzos en la microestructura. D , detector de rayos-X. S , fuente de rayos-X. N , normal a la superficie.

El método de rayos-X más utilizado para determinar los esfuerzos residuales en películas delgadas es el llamado “Método de $\text{sen}^2\psi$ ”, que permite determinar la distribución de la deformación de la red cristalina en una fina capa superficial. La principal ventaja de este método, considerando que requiere de un tiempo adicional para la recolección de datos, es el establecimiento de la linealidad de la distancia interplanar en función de $\text{sen}^2\psi$.

En la fig. 26 se muestra una película cristalina sometida a esfuerzos de tensión. El espaciado entre los planos reticulares que son perpendiculares al plano de la película se incrementan, debido a la tensión, mientras el espaciado de los planos paralelos a la película disminuye, debido a la contracción de la relación de Poisson [32].

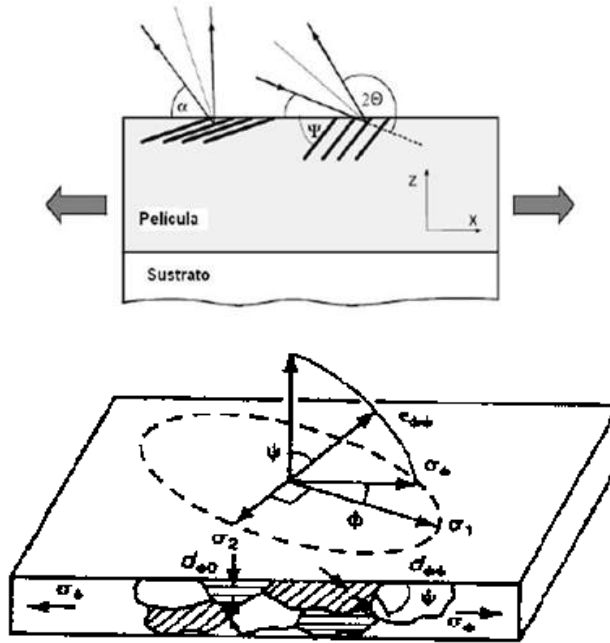


Figura 26.- Representación esquemática y orientación de los componentes de deformación del método de $\text{sen}^2\psi$.

En este método se asume un estado biaxial de esfuerzos, el cual requiere que la medición de esfuerzos esté relacionada al esfuerzo principal $\alpha_1\alpha_2$ (fig. 26) mediante la siguiente ecuación:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \left[\frac{1+\gamma}{E} (\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \text{sen}^2 \phi) \text{sen}^2 \psi \right] - \left[\frac{\gamma}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \right] \text{-----}[10]$$

Donde:

γ : es la relación de Poisson, E : es el módulo de Young.

El espaciamiento interplanar sirve como un indicador de esfuerzos internos y el esfuerzo se mide a lo largo de cierta dirección.

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{\Delta d}{d_0} = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \text{-----}[11]$$

Donde:

$d_{\phi\psi}$: es el espaciamiento interplanar que existe en los cristales que son perpendiculares a la dirección ψ en la condición estresada y d_0 es el espaciamiento interplanar en la condición libre de esfuerzos.

La tabla I.3 enumera las técnicas de difracción recomendadas para diversas aleaciones, los planos cristalográficos y las constantes elásticas. La sensibilidad relativa se muestra por el valor de K_{45} , la magnitud del esfuerzo necesario para causar un desplazamiento aparente en la posición de difracción de pico para inclinaciones desde 1° hasta $45^\circ \psi$. Conforme K_{45} aumenta, disminuye la sensibilidad.

Tabla I.3.- Técnica de difracción de rayos-X, constantes elásticas y valores generales de aleaciones ferrosas y no ferrosas [31].

Aleación	Radiación	Índices de Miller	Ángulos (2 Θ)	(a) Constantes elásticas (E/1=v) GPa (10 ⁶ psi)			(b) K ₄₅			Coeficiente de absorción lineal (μ) in ⁻¹
				(hkl)	Volumen	% Error	MPa	ksi	cm ⁻¹	
Aleaciones base aluminio										
2014-T6	Cr K α	(311)	139.0	59.4 \pm 0.76 (8.62 \pm 0.11)	54.5 (7.9)	-8.3	387	56.2	442	1124
2024-T351	Cr K α	(311)	139.3	53.8 \pm 0.55 (7.81 \pm 0.08)	54.5 (7.9)	+1.1	348	50.5	435	1105
7075-T6	Cr K α	(311)	139.0	60.9 \pm 0.48 (8.83 \pm 0.07)	-11.4	-11.4	397	57.6
Aleaciones base hierro										
304L	Cu K α	(420)	147.0	157.2 \pm 2.8 (22.8 \pm 0.4)	151.0 (21.9)	-3.9	814	118.0	2096	5321
316	Cu K α	(420)	146.5	132.4 \pm 1.4 (19.2 \pm 0.2)	153.8 (22.3)	+16.0	696	101.0	2066	5245
410 (22 HRC)	Cr K α	(211)	155.1	176.5 \pm 0.7 (25.6 \pm 0.1)	155.8 (22.6)	-11.7	680	98.6	840	2129
6260	Cr K α	(211)	155.5	169.6 \pm 2.8 (24.6 \pm 0.4)	158.9 (23.0)	-6.5	643	93.2	894	2271
Aleaciones base Níquel										
Inconel 600	Cu K α	(420)	150.8	159.3 \pm 0.7 (23.1 \pm 0.1)	165.5 (24.0)	+3.9	724	105.0	896	2275
Inconel 718	Cu K α	(420)	145.0	140.0 \pm 2.1 (20.3 \pm 0.3)	156.5 (22.7)	-8.9	772	112.0	1232	3127
Aleaciones base Titanio										
Ti comercialmente puro	Cu K α	(21.3)	139.5	90.3 \pm 1.4 (13.1 \pm 0.2)	84.8 (12.3)	-6.1	581	84.3	917	2320
Ti-6Al-4V	Cu K α	(21.3)	141.7	84.1 \pm 0.7 (12.2 \pm 0.1)	84.8 (12.3)	+0.8	509	73.9	867	2203
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	Cu K α	(21.3)	141.5	102.0 \pm 1.4 (14.8 \pm 0.2)	86.2 (12.5)	-15.5	622	90.2	866	2200

La forma y la posición del pico de difracción dependen de parámetros microestructurales como el tamaño de grano del cristal, esfuerzos residuales, microesfuerzos, fallas de apilamiento, etc. [33]. El ancho de los picos de difracción es utilizado para analizar cambios microestructurales de materiales plásticamente deformados. Esquemáticamente, un material puede ser considerado como un agrupamiento de apilamientos atómicos de redes de dislocaciones, denominado como dominio coherente de la difracción (*coherently diffracting domain, CDD*) y caracterizado por el espaciamiento reticular d_0 (material sin esfuerzos). Los cambios en la distancia interplanar causados por deformación pueden ser examinados mediante difracción de rayos-X, como se muestra en la fig. 27.

La técnica de difracción de rayos-X también es utilizada para determinar y evaluar microdeformaciones, los cuales son caracterizados mediante el ancho a media altura (*full width at half maximum, FWHM*) del pico de difracción. Para los análisis de microdeformaciones asociados con el trabajado en frío se realizan exámenes con respecto a la anchura del pico de difracción, la cual se puede cuantificar como la integral de la anchura, es decir, el área total bajo la curva dividido por la altura del pico de difracción o el ancho a media altura del pico de difracción (FWHM).

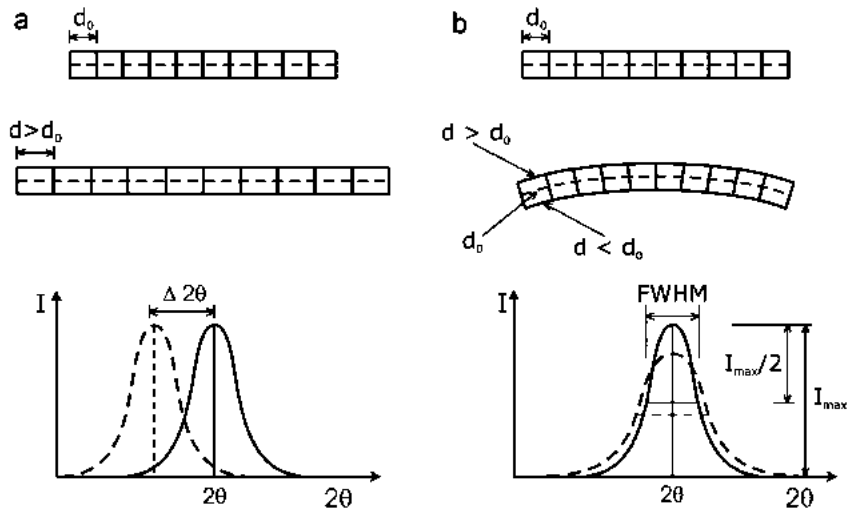


Figura 27.- Influencia en el pico de difracción de rayos-X de: (a) macroesfuerzos (deformación uniforme) y (b) microdeformaciones (deformación no uniforme).

1.8 REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE

Multigner et al. [38] demostró que mediante el granallado se produce una deformación plástica severa en la superficie, produciendo así rugosidad, refinamiento de grano subsuperficial y trabajado en frío. Este investigador analizó tanto la microestructura y propiedades mecánicas de muestras de acero inoxidable austenítico 316 LVM granallados con partículas de zirconia (ZrO_2) con forma acicular, y con partículas de alúmina (Al_2O_3) con morfología angular; mediante técnicas de microscopía de fuerza magnética, difracción de radiación sincrotrón y ultramicroidentación. Además, comentan que el gradiente en la deformación plástica y su incremento de volumen asociado con la cantidad de deformación inducida de martensita α' , da como resultado el desarrollo de esfuerzos residuales de compresión con un valor máximo cercano a la superficie. Encontraron que los diferentes resultados se encuentran relacionados con la morfología específica de las partículas utilizadas y su rol específico en el proceso de granallado. A continuación se presentan algunas imágenes de micrografías (fig. 28) cercanas a la superficie donde se observa la refinación del tamaño de grano debido al granallado.

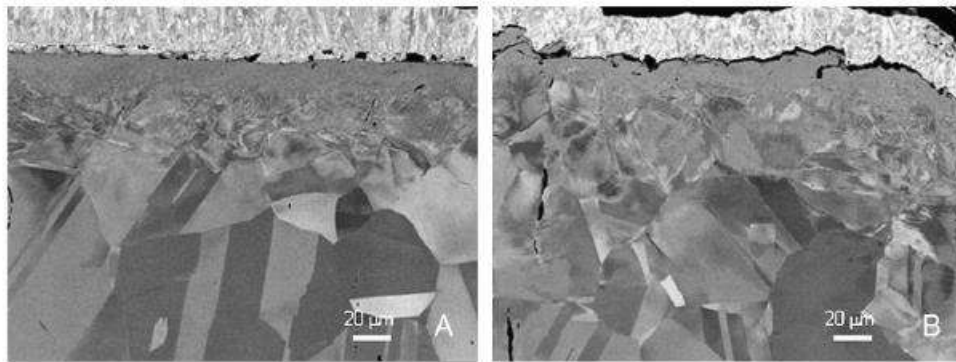


Figura 28.- Micrografías de la sección cercana a la superficie de: (a) partículas de ZrO_2 y (b) partículas de Al_2O_3 [38].

En la fig. 29 se observa el perfil de los esfuerzos residuales en función de la profundidad presentados por la utilización de las partículas de alúmina y zirconia. Para la muestra de referencia se detectaron esfuerzos residuales de compresión uniforme entre los 100 MPa. En el caso del granallado con partículas de zirconia, la magnitud de los esfuerzos residuales de compresión se encontró entre 670 MPa que es mucho mayor que la muestra granallada con partículas de alúmina con 470 MPa.

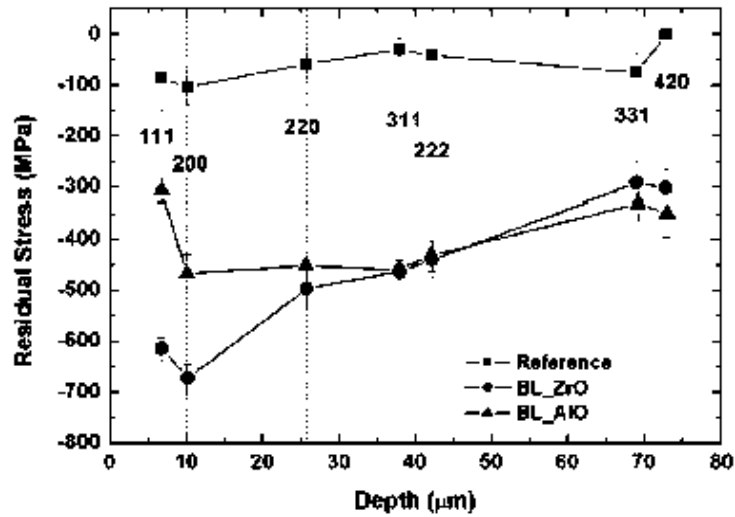


Figura 29.- Perfil de los esfuerzos residuales con respecto a la profundidad en muestras de acero inoxidable 316LVM en muestra pulida, granallado con partículas de zirconia y alúmina [38].

M. Multigner y Fernández et al. [38] llevaron a cabo un tratamiento superficial de arenado en la aleación Ti-6Al-4V, el cual es orientado a la mejora de la fijación mecánica de los implantes. Sin embargo, dicho tratamiento contribuye a una disminución de la resistencia a la fatiga del material. En este trabajo se determinó, mediante radiación sincrotrón, el estado de tensiones residuales en muestras arenadas de esta aleación y su posterior proceso de relajación tras un recocido a 500 °C. Se observó que el arenado ocasiona un gradiente de tensiones residuales de compresión con valores de hasta unos 700 MPa en las proximidades de la superficie.

La rugosidad (Ra) aumentó desde 0,07 µm en la condición de pulido hasta 2 µm después del arenado. La superficie está severamente deformada, con numerosas indentaciones irregulares y bordes muy acusados (fig. 30) de la imagen se pudo observar que la superficie revela una distribución heterogénea de partículas oscuras, a menudo fracturadas, con bordes poligonales y tamaño aproximado de 20 µm.

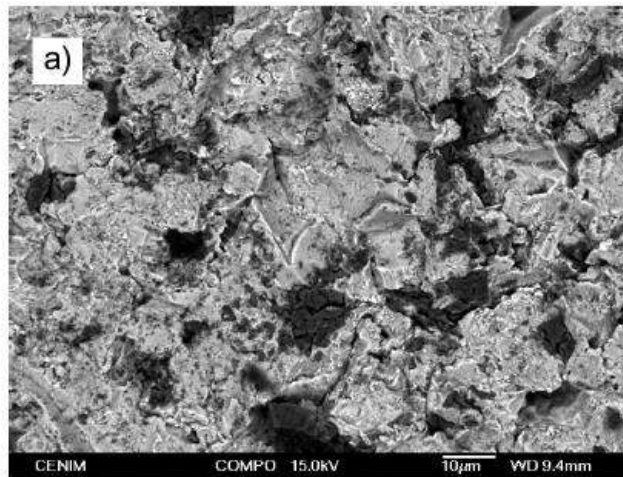


Figura 30.- Imagen de electrones retrodispersados de la superficie de probetas arenadas: (a) partículas de alúmina de 500 μm [32].

A pesar de la deformación severa que experimentó el material en esta zona, las medidas de microdureza arrojaron valores similares a los obtenidos en el interior del material. Tras el tratamiento térmico se observó una relajación de las tensiones residuales y un importante aumento de la dureza superficial.

Por otro lado, R. K. Nalla *et al.* [40] estudiaron la influencia del proceso mecánico superficial como rolado y láser en una aleación Ti-6Al-4V en el comportamiento a la fatiga a temperatura ambiente y a temperatura de 450°C. Estos investigadores realizaron mediciones de esfuerzos residuales mediante la técnica de difracción de rayos-X (fig. 31) en la gráfica se muestra los perfiles de esfuerzos residuales *vs* la profundidad. De acuerdo a estos resultados, se observó que después del rolado se alcanzó un valor máximo de esfuerzos residuales de compresión de 930 MPa justo por debajo de la superficie a solo unas cuantas micras. Los valores van decreciendo notablemente hasta alcanzar los del material base en aproximadamente 500 μm . Por otro lado, mediante la técnica láser se alcanzaron valores máximos de esfuerzos residuales de 450 MPa, menores que de rolado. Sin embargo, la profundidad de esfuerzos residuales con proceso láser es mayor en comparación con el rolado y los valores de esfuerzos se mantienen más uniformes.

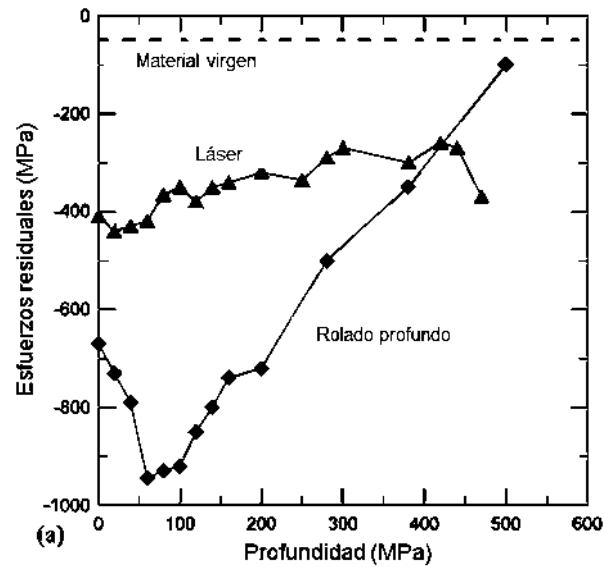


Figura 31.- Perfil de esfuerzos residuales en la superficie y subsuperficie vs profundidad de una aleación Ti-6Al-4V tratada mediante rolado con y sin tratamiento láser [33].

Una diversidad de principios físicos han sido desarrollados para la detección, localización y caracterización de imperfecciones en materiales metálicos mediante ensayos no destructivos. Las técnicas más populares son: ultrasonido, corrientes de Eddy, radiografía por rayos-X, magnetismo, mediante principios térmicos y microondas. Una característica común de estos métodos convencionales es que son sensitivos tanto a parámetros intrínsecos (conductividad térmica y eléctrica, permeabilidad, límite elástico, densidad, etc.) como a las características geométricas.

H. Carreón *et al.* [41] utilizaron una técnica termoeléctrica convencional de contacto y no contacto que monitorea el poder termoeléctrico de materiales que fueron sometidos a granallado; la técnica es sensitiva a cambios causados por tratamientos superficiales en el material. Los materiales utilizados que fueron granallados en este estudio son una aleación Ti-6Al-4V y acero inoxidable 316 LVM, los cuales fueron granallados superficialmente mediante partículas de alúmina (Al_2O_3) y zirconia (ZrO_2). En la fig. 32 se observa la densidad de flujo relativa para cada material utilizado y comparado con las diferentes partículas utilizadas en el granallado. En la figura se alcanza a observar que se obtiene mayor densidad de flujo utilizando partículas de alúmina en la aleación Ti-6Al-4V en comparación con el acero inoxidable; esto se debe al cambio de fase que sufre la aleación de titanio, y mediante la técnica de no contacto (magnetómetro) se captan valores de flujo magnético la cual es sensitiva a cambios pequeños de corriente eléctrica

inducida por un gradiente de temperatura. Muchas investigaciones han sido encaminadas al estudio de la influencia de los parámetros de deformación en la microestructura debido a tratamientos mecánicos tales como granallado y arenado tal como se reporta en la referencia [41].

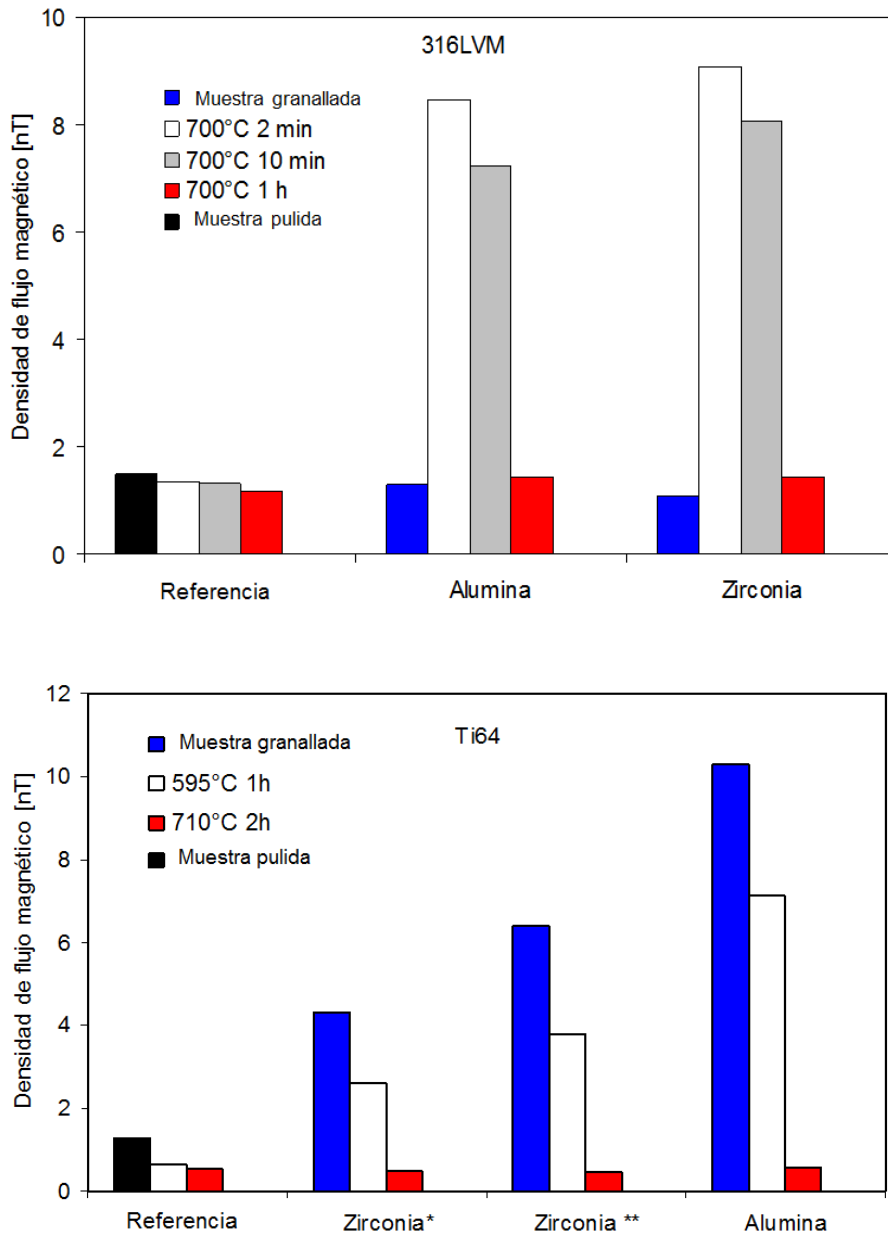


Figura 32.- Densidad de flujo magnético en biomateriales metálicos tratados superficialmente con la técnica de arenado [41].

CAPÍTULO II: DESARROLLO EXPERIMENTAL

La fig. 33 hace referencia a un diagrama de flujo de la descripción general de las aleaciones y procedimientos que se llevaron a cabo, la parte experimental inicia con la adquisición de las dos aleaciones de Ti-6Al-4V y acero inoxidable austenítico proporcionadas por Biomet (Valencia, España). Posteriormente, en colaboración con un equipo de investigación en España llevaron a cabo los tratamientos superficiales con chorro de agua y láser. La caracterización termoeléctrica se realizó en Instituto de Investigaciones Metalúrgicas (Morelia, Mich. México) con el propósito de obtener los potenciales termoeléctricos por medio de las técnicas de contacto y no contacto, y de esta manera cuantificar y evaluar los efectos producidos por ambos procesos superficiales como los esfuerzos residuales y trabajado en frío mediante la técnica de difracción de rayos-X.

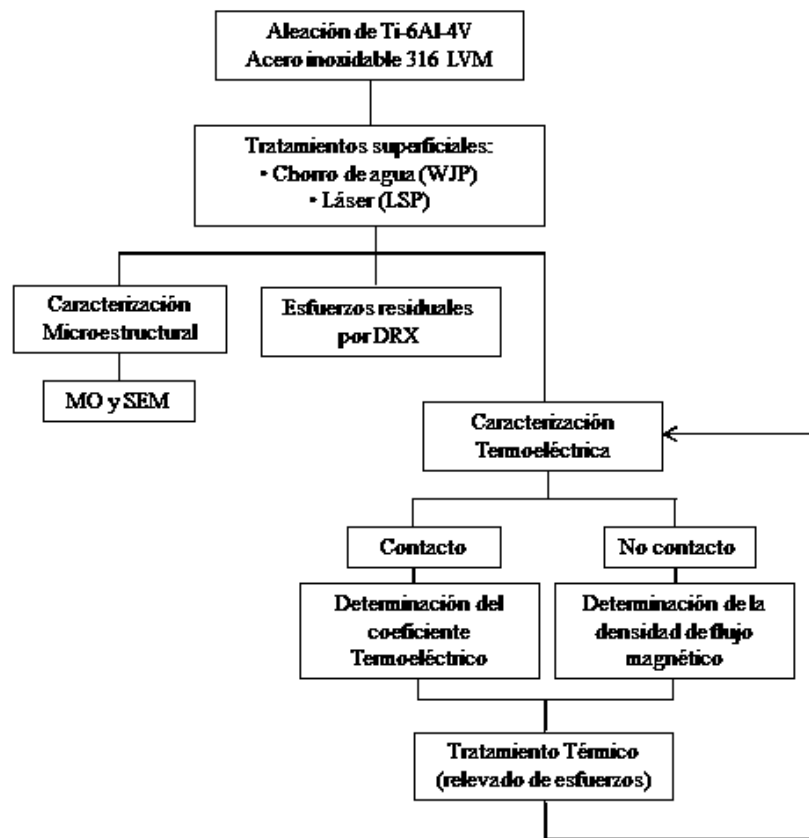


Figura 33.- Diagrama de flujo del desarrollo experimental.

2.1 MATERIALES Y MÉTODOS

En este trabajo de investigación se seleccionaron dos aleaciones ampliamente utilizadas como biomateriales: acero inoxidable austenítico 316 LVM y aleación de titanio Ti-6Al-4V (fig. 34), estas aleaciones fueron proporcionados por Biomet (Valencia, España). En las tablas II.1 y II.2 se muestran las composiciones correspondientes para cada aleación.

Tabla II.1.- Composición química del acero inoxidable 316 LVM.

Material:	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Fe
316 LVM									
(%w)	0.024	0.37	1.81	0.017	<0.01	16.86	14.59	2.59	Bal.

Tabla II.2.- Composición química de la aleación de titanio Ti-6Al-4V.

Material:	C	Al	Va	N	Fe	O	H	Y	Ti
Ti-6Al-4V									
(%w)	0.019	6.18	4.00	0.007	0.17	0.19	0.0005	0.0001	Bal.



Figura 34.- Imágenes de las aleaciones de referencia del acero inoxidable 316 LVM y Ti-6Al-4V, respectivamente.

2.2 MUESTRAS TRATADAS CON CHORRO CON AGUA (WJP)

El tratamiento superficial por chorro de agua lo llevaron a cabo en Biomet (Valencia, España) con un equipo estándar *Byjet2030L* (*Bystronic*). La boquilla del equipo que utilizaron tiene 0.8 mm de diámetro, ésta se orientó perpendicularmente sobre las superficies a tratar con una distancia de separación de 2 mm. En las figs. 35 y 36 se muestra el equipo utilizado para el tratamiento con chorro de agua, así como también la forma de la boquilla utilizada.



Figura 35.- Equipo empleado para realizar los tratamientos superficiales con chorro de agua.



Figura 36.- Punta de la boquilla utilizada para tratamiento con chorro de agua.

La trayectoria que siguió el chorro de agua en el material se muestra en la fig. 37(a), en éste se observan las líneas paralelas sobre la superficie haciendo zig-zag. En la fig. 37(b) se aprecia la anchura de cada surco sobre la superficie, la anchura obtenida por la trayectoria (W) es de 0.8 mm. Los parámetros de procesamiento se variaron de acuerdo con las condiciones del equipo (presión y velocidad de avance). La presión del agua se mantuvo a 240 MPa y 360 MPa en todos los experimentos; se aplicaron tres velocidades de avance (TS, de sus siglas en inglés “*Transverse Speed*”) de 50 mm/min 250 mm/min y 450 mm/min, el tiempo de mecanizado fue de 2 min y 1 min para cada una de las velocidades.

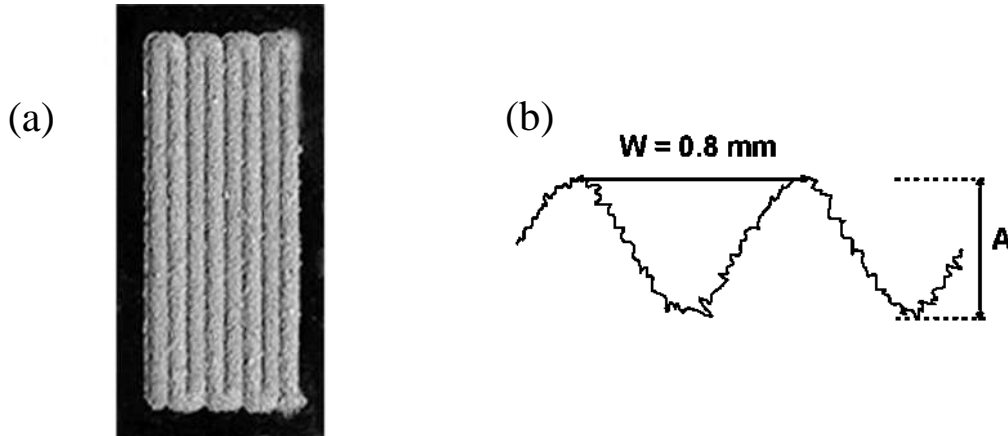


Figura 37.- (a) Trayectoria del chorro de agua sobre la superficie de acero inoxidable 316 LVM (TS = 0.05 m/min). (b) Perfil de la sección transversal; A: profundidad del surco, W: anchura de cada surco = 0,8 mm.

En la tabla II.3 se muestran los parámetros utilizados para tratar las muestras de acero inoxidable austenítico 316 LVM y Ti-6Al-4V mediante la técnica de modificación superficial con chorro de agua.

Tabla II.3.- Parámetros utilizados para la técnica de chorro de agua en muestras de 316 LVM y Ti-6Al-4V.

TÉCNICA: CHORRO DE AGUA		
<i>Acero inoxidable austenítico 316 LVM</i>		
Muestra: Acero inoxidable	Presión (MPa)	Velocidad de avance (mm/min)
AW1	240	250
AW2	360	50
AW3	360	250
AW4	360	450
<i>Aleación Ti-6Al-4V</i>		
TW1	240	50
TW2	360	250
TW3	360	50

Las muestras de la aleación Ti-6Al-4V (TW3) y acero inoxidable 316 LVM (AW3) tratadas con chorro de agua se muestran en la fig. 38, donde se alcanza a observar ligeramente la rugosidad obtenida por el proceso con chorro de agua.

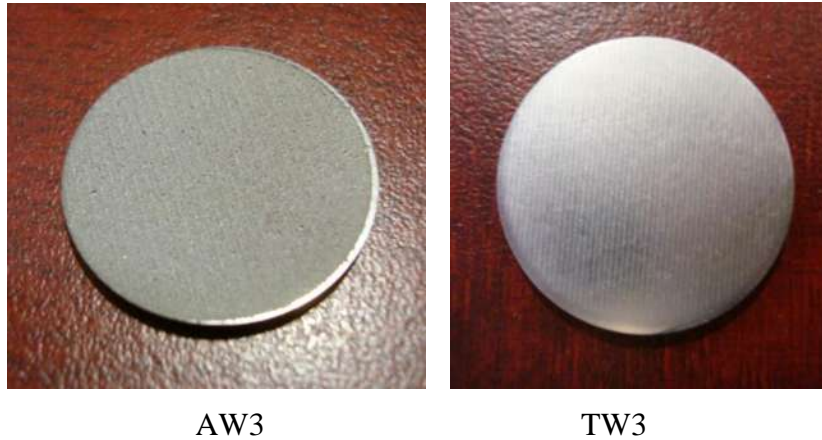


Figura 38.- Muestra de 316LVM y Ti-6Al-4V tratadas con chorro de agua.

2.3 MUESTRAS TRATADAS CON RAYO LÁSER (LSP)

Las probetas de acero inoxidable 316 LVM y Ti-6Al-4V fueron suministradas por la empresa BIOMET (Valencia, España) en forma de discos de 20 mm de diámetro y 2 mm de espesor y placas. Las superficies las trataron con la tecnología de “laser peening” en el Centro Tecnológico AIMEN (Porriño, España), con un equipo *Spectra Physics Quanta Ray Pro*, compuesto por un láser de estado sólido (Nd:YAG) pulsado que trabaja con una energía por pulso de hasta 1.6 Joules. Éste equipo produce pulsos de 10 nanosegundos con una frecuencia de 30 Hz. Es posible trabajar a varias longitudes de onda mediante el empleo de un generador de armónicos. En este trabajo se irradiaron en el infrarrojo (1064 nm) y en el visible (532 nm).

Las muestras se colocan en un soporte con un manipulador programable X-Y para generar la trayectoria de los pulsos láser sobre la superficie, tal como se muestra en la fig. 39. Como medio de confinamiento se utilizó agua, los pulsos láser se guiaron a las superficies mediante un espejo, el haz se focalizó mediante la ayuda de un lente y se generaron “puntos” de entre 1.8 y 2.9 mm en función de los parámetros empleados.

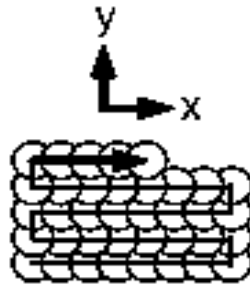


Figura 39.- Trayectoria de los pulsos láser sobre las muestras.

Los parámetros del proceso más importantes empleados en el grupo experimental de Ti-6Al-4V son los que se muestran en la tabla II.4. Las muestras con acabado superficial de lija fina de 2400 *grit* fueron tratadas con una longitud de onda láser de 1064 nm y 532 nm, variando la densidad de potencia y la densidad de pulsos como se muestra en la tabla II.4. En todos los casos se midió la rugosidad (Ra) con un perfilómetro mecánico. Para ello realizaron tres medidas a lo largo de una distancia de 4 mm. Como referencia utilizaron una muestra con acabado de lija fina de 2400 *grit*.

Tabla II.4.- Parámetros de procesamiento con láser peening en muestras de Ti-6Al-4V.

Muestra n°	λ (nm)	Potencia (GW /cm ²)	N° de pulsos	Θ spot (mm)	Pulsos /cm ²	Ra (μ m)
Ref.	Ti-6Al-4V lijado a 2400					0.041
TL1	1064	3	1	2.4	453	0.25
TL2	1064	1	1	4.4	604	0.36
TL3	1064	3	2	2.4	841	0.43
TL4	532	3	2	1.6	930	0.29
TL5	1064	3	6	2.4	2524	0.35
TL6	532	3	6	1.6	5580	0.33

Las muestras de acero inoxidable austenítico 316 LVM también fueron tratadas mediante el proceso láser, los parámetros se muestran en la tabla II.5, variando la densidad de pulsos, el número de pulsos y la amplitud de onda. De esta manera, variando los parámetros se podrá encontrar diferencias en los efectos producidos realizando mediciones mediante las técnicas de PTE de contacto y no contacto, así como mediciones por DRX para cuantificar esfuerzos residuales y trabajado en frío en ambos materiales.

Tabla II.5.- Parámetros de procesado con láser peening en muestras de 316 LVM.

Muestra:	Potencia (GW/cm ²)	N° de pulsos	λ (nm)
AL1	3	1	1064
AL2	6	1	1064
AL3	3	2	1064
AL4	3	6	1064
AL5	3	1	532
AL6	3	6	532

En la fig. 40 se observa las muestras AL3 y TL3 de acero inoxidable 316 LVM y Ti-6Al-4V, respectivamente. Ambas muestras fueron tratadas mediante el proceso láser, en la imagen se puede ver la rugosidad creada y la formación aparente de óxido.



AL3



TL3

Figura 40.- Muestras 316LVM y Ti-6Al-4V tratadas mediante el proceso láser.

La morfología superficial y la sección transversal de cada muestra, fueron observadas mediante microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB). Las secciones transversales se prepararon utilizando técnicas de metalografía convencional. Para preservar las superficies durante el corte, las muestras fueron electrolíticamente recubiertas con una capa fina de cobre. El acabado final espejo se realizó haciendo un pulido/ataque con una mezcla de sílice coloidal.

También se esquematizan los efectos más importantes que lograron durante un tratamiento de modificación superficial y subsuperficial como lo muestra la fig. 41. El primer efecto que se muestra es la rugosidad superficial formada por el tratamiento. Otro efecto es la formación de esfuerzos residuales en la subsuperficie del material, el cual se forma a unas cuantas capas

micrométricas, la cantidad de esfuerzos dependerá del proceso aplicado. El trabajado en frío es otro efecto importante y es proporcional al proceso aplicado, ya que los parámetros en el proceso juegan un papel importante pues determinarán la cantidad de microestructura refinada en el material.

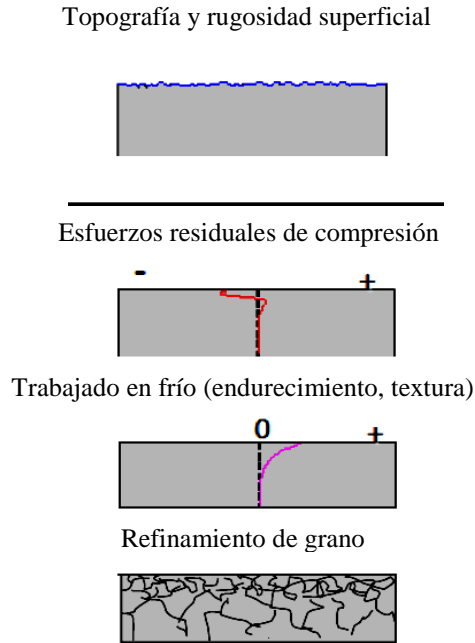


Figura 41.- Diagrama esquemático de los tres efectos más importantes en el proceso superficial y subsuperficial.

2.4 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

2.4.1 Caracterización topográfica y microestructural

La rugosidad de las superficies procesadas las midieron en colaboración con en el Centro Tecnológico AIMEN (Porriño, España), mediante un perfilómetro mecánico de contacto marca *Surftest 201* modelo *Mitutoyo*. Realizaron tres mediciones sobre cada superficie a lo largo de una distancia de 4 mm, con una fuerza de 4 mN y una velocidad de avance de 0.5 mm/seg. En el caso de las muestras tratadas con agua las realizaron en dos direcciones; una perpendicular a la trayectoria del chorro de agua para determinar la profundidad del surco obtenido (A), promediando la profundidad máxima de cada tramo, y otra la midieron de forma paralela a la trayectoria del chorro de agua para obtener los parámetros de rugosidad superficial. Un parámetro corresponde a la rugosidad R_a (media matemática de las desviaciones del perfil de rugosidad de la línea media) y rugosidad R_z (media de las distancias de las crestas a las depresiones de cinco

trayectos de medición distintos). Para ello centraron la aguja de diamante del perfilómetro, de 5 μm de diámetro, dentro del surco de la trayectoria.

Midieron las rugosidades de dos aleaciones Ti-6Al-4V y acero inoxidable austenítico 316 LVM tratadas por los dos tratamientos superficiales antes mencionadas. La topografía superficial y la microestructura en la sección transversal la observaron empleando microscopía electrónica de barrido (MEB).

2.4.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

La preparación de las muestras para microscopía electrónica de barrido (MEB) la llevaron a cabo en el Centro Tecnológico AIMEN (Porriño, España). El microscopio electrónico de barrido utilizado fue un *JEOL 6500F* con filamento de emisión de campo, equipado con un espectrómetro de dispersión de energías y un analizador *Oxford Instruments*. Mediante esta técnica observaron la topografía superficial, los cambios en la microestructura y la variación en el tamaño de grano en la sección transversal pulida, como consecuencia de los tratamientos realizados.

El microscopio electrónico de barrido es el mejor método adaptado al estudio de la topografía de las superficies. Las imágenes de electrones secundarios (SEI, de sus siglas en inglés “*secondary electron images*”), fueron adquiridas principalmente para caracterizar la topografía de las superficies tratadas, mientras que las imágenes en las secciones transversales pulidas las obtuvieron mediante contraste cristalográfico utilizando el detector de electrones retrodispersados (BEI, por sus siglas en inglés “*backscattered electron images*”).

2.4.3 Caracterización no destructiva, potencial termoeléctrico de contacto

En ésta parte del trabajo de investigación se enfocó al estudio de los principales cambios microestructurales superficiales inducidos por los tratamientos de chorro de agua y láser para relacionar las medidas del coeficiente de potencial termoeléctrico y densidad de flujo magnético, relacionando los resultados de esfuerzos residuales y trabajado en frío mediante difracción de rayos-X. Cabe mencionar el importante aporte del trabajado en frío principalmente en las superficies tratadas con chorro de agua con respecto a las tratadas con láser, ya que como se sabe esto producirá un cambio significativo en las propiedades finales de los materiales tratados.

Por otro lado, se determinará cualitativamente el nivel de esfuerzos residuales inducidos por los dos tratamientos superficiales, para ello se utilizaron las técnicas de contacto y no contacto. Para el caso de la medida del potencial termoeléctrico de contacto se utilizó el equipo *Walker Scientific Inc. Alloy sorter ATS-6044T* (fig. 42). Dicho equipo mide valores relativos del coeficiente del potencial termoeléctrico por lo cual será necesario realizar una calibración con respecto a materiales bien conocidos con respecto a su potencial termoeléctrico para de esta manera obtener el coeficiente de potencial termoeléctrico absoluto. La medición con éste equipo se realizó usando puntas de oro y cobre (fig. 43) para medir el potencial termoeléctrico relativo; se realizaron un total de treinta mediciones por muestra de cada aleación con la finalidad de obtener un promedio del potencial termoeléctrico relativo.



Figura 42.- Equipo Walker Scientific Inc. Alloy Sopperter ATS-6044T para medición del potencial termoeléctrico: técnica de contacto.



Figura 43.- Puntas de Cu y Au para medición del potencial termoeléctrico, técnica de contacto.

2.4.3.1 Calibración del equipo para medición del PTE

El equipo utilizado para la realización de las mediciones fue un *ThermoSorter* (*Walker Scientific, Inc.*), éste equipo está compuesto por dos puntas metálicas de diferente material a distintas temperaturas, es decir, una se encuentra a una temperatura cercana a la temperatura ambiente y la otra a una temperatura superior, por lo que se les denomina punta fría y punta caliente respectivamente. Cuando las dos puntas hacen contacto con el espécimen se cierra el circuito eléctrico, lo cual genera una diferencia de potencial proporcional a la diferencia de temperatura entre la punta fría y la punta caliente. Gran parte de las referencias bibliográficas sobre termopares muestran valores de voltaje en función de la temperatura. Sin embargo, existen tablas que muestran valores del coeficiente Seebeck en función de la temperatura. Se define al coeficiente Seebeck como el cociente entre el voltaje generado en el termopar (ΔV) y la pequeña diferencia de temperatura (ΔT) entre sus extremos. Para cada metal es posible determinar su coeficiente Seebeck absoluto formando un termopar con un metal de referencia. Por convención, el signo de dicho coeficiente se considera positivo, si la corriente inducida fluye hacia el metal de referencia.

2.4.3.2 Procedimiento de calibración para las mediciones realizadas con la punta de cobre

Cuando se realizan las mediciones de coeficiente Seebeck con el equipo se obtienen resultados relativos, para traducir dichos resultados a medidas absolutas es necesario realizar una calibración. Inicialmente se tomaron lecturas de los valores del coeficiente Seebeck absoluto para los diferentes materiales tales como: aluminio, cobre, alumel, chromel, Ti-6Al-4V y otras aleaciones. Estos son valores tomados de referencias bibliográficas que representan datos conocidos para estos materiales, estos valores se muestran en grados Celsius ($^{\circ}\text{C}$) o en grados kelvin (K), ya que en un intervalo de temperatura $1^{\circ}\text{C}=1\text{K}$. A continuación, se muestran en la tabla II.6 las lecturas de los especímenes utilizados.

Tabla II.6.- Potencial termoeléctrico absoluto de algunos materiales [34].

Material	Potencial Termoeléctrico absoluto [$\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$]
Aluminio	-0.4850
Cobre	1.9400
Ti-6Al-4V	-5.1000
Acero Inoxidable 304L	-1.3351
Alumel	-18.2000

Posteriormente se realizaron varias mediciones de las probetas de los materiales antes mencionados, con la punta de cobre (Cu), en la modalidad de alta sensibilidad y se calcula la media aritmética de cada conjunto de mediciones a los distintos materiales, cuyo valor numérico se muestra en la tabla II.7.

Tabla II.7.- Mediciones realizadas a las probetas con la punta de cobre (Cu) [34].

MATERIAL	LECTURAS [μV]
Aluminio	47.78
Cobre	15.61
Ti-6Al-4V	125.11
Acero Inoxidable 304L	60.82
Alumel	319.13
Chromel	-318.83

Con los valores mostrados en las dos tablas anteriores, se construye una tercera tabla (tabla II.8) donde los valores del potencial termoeléctrico absoluto y relativo corresponden a las ordenadas y abscisas respectivamente. Con la utilización de los valores de PTE relativo y absoluto se construye una gráfica (fig. 44), la cual mediante regresión lineal se obtiene una ecuación que nos permitirá obtener los valores de PTE absoluto de la aleación Ti-6Al-4V y acero inoxidable 316 LVM por la técnica convencional de termoelectricidad de contacto.

Tabla II.8.- Valores utilizados para la regresión lineal.

Material	PTE Absoluto [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$]	Lecturas [μV]
Aluminio	-0.4850	47.78
Cobre	1.9400	15.61
Ti-6Al-4V	-5.1000	125.11
Acero Inoxidable 304L	-1.3351	60.82
Alumel	-18.200	319.13
Chromel	21.700	-318.83

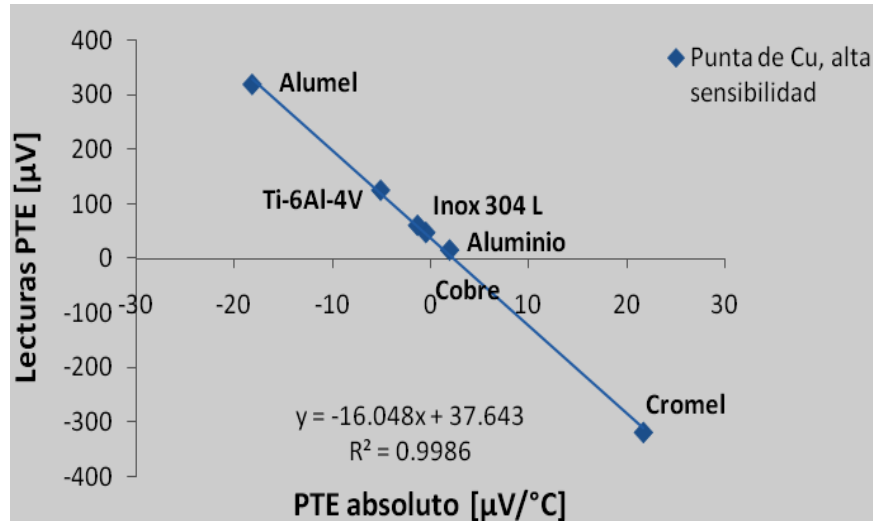


Figura 44.- Curva de calibración de la aleación Ti-6Al-4V.

Finalmente, se muestran los valores obtenidos y la tabla II.8 correspondiente, las mediciones realizadas para los especímenes de Ti6Al4V con diferentes tratamientos superficiales se ajustan con la ecuación obtenida, donde PTE es el valor que se desea conocer:

$$PTE[\mu V] = \frac{\text{lectura}[\mu V] - 37.64}{-16.048} \text{-----} [12]$$

2.4.4 Caracterización no destructiva, potencial termoeléctrico de no contacto

La medida del potencial termoeléctrico, utilizando la técnica no contacto (fig. 45) se llevó cabo mediante un magnetómetro (*Fluxgate*) polarizado en dirección tangencial, ya que el campo magnético generado es perpendicular al flujo térmico y paralelo a la superficie y a la zona tratada (normal a la superficie) tal como se muestra en la fig. 45. La probeta tratada superficialmente fue colocada entre dos soportes de Cu puro los cuales se estabilizan a 20 °C y 45 °C; generando un gradiente de temperatura de 12.5 °C/cm lo cual es más que suficiente para generar señales magnéticas en las aleaciones bajo estudio. Las mediciones de densidad de flujo magnético producidas por las superficies tratadas se realizaron a una distancia del magnetómetro a la probeta de 2 mm.

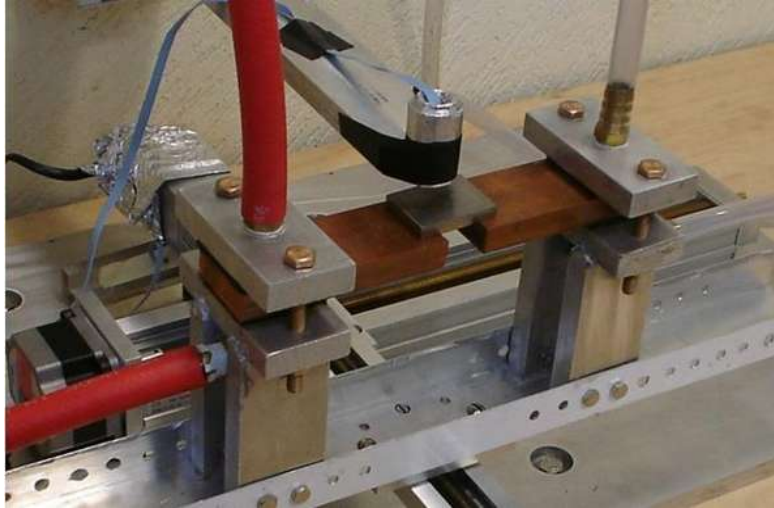


Figura 45.- Magnetómetro para medición de la densidad de flujo magnético: técnica de no contacto.

2.4.5 Determinación de esfuerzos residuales y trabajado en frío mediante DRX

Las mediciones de esfuerzos residuales las llevaron a cabo en el centro nacional de investigaciones metalúrgicas (CENIM, Madrid, España). Determinaron los esfuerzos residuales en superficie y a diferentes profundidades después de desbaste químico. El desbaste químico lo realizaron en tiempos cada vez más prolongados al comprobar que en el ataque anterior no se generaban zonas de gran diferencia de profundidad. Para evitar posibles efectos “borde”, las medidas se realizaron siempre en la parte central de la zona atacada. En cada caso midieron un mínimo de tres puntos al azar y se calculó el valor medio. En la fig. 46 se muestra el método de aplicación del reactivo de desbaste químico y el aspecto que presentaban las superficies después del mismo, una vez eliminado el material más directamente afectado por el tratamiento láser.

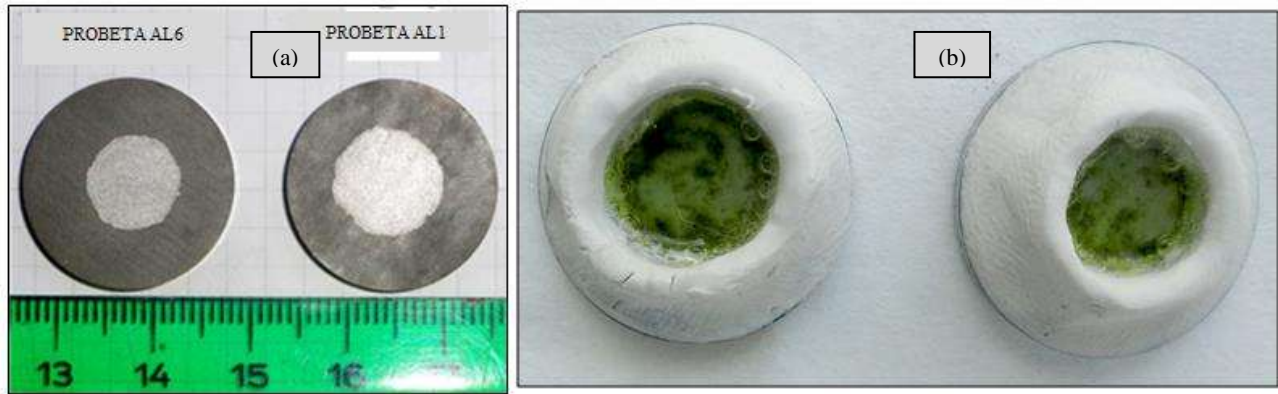


Figura 46.- (a) Aspecto del proceso de desbaste químico y (b) aspecto de las superficies desbastadas después del primer desbaste.

El equipo utilizado para la medición de esfuerzos residuales es un difractómetro de rayos-X PROTO-iXRD (fig. 47). El haz de rayos-X incide verticalmente sobre la muestra y los rayos difractados se recogen mediante dos detectores situados a los lados del emisor. Para mejorar la detección y resolución del pico de difracción se varía el ángulo de incidencia del haz.



Figura 47.- Difractómetro de rayos-X PROTO-iXRD, CENIM (Madrid, España).

La medida de profundidad se realizó mediante perfilometría. En cada desbaste, se midieron dos perfiles para calcular una profundidad media. El valor medio se calculó en la parte central del perfil, correspondiente a la parte central de cada zona de ataque, para evitar el efecto “borde”. En las siguientes gráficas (fig. 48) se representa a modo de ejemplo, los perfiles obtenidos después de desbastar la muestra AL1 Y AL6.

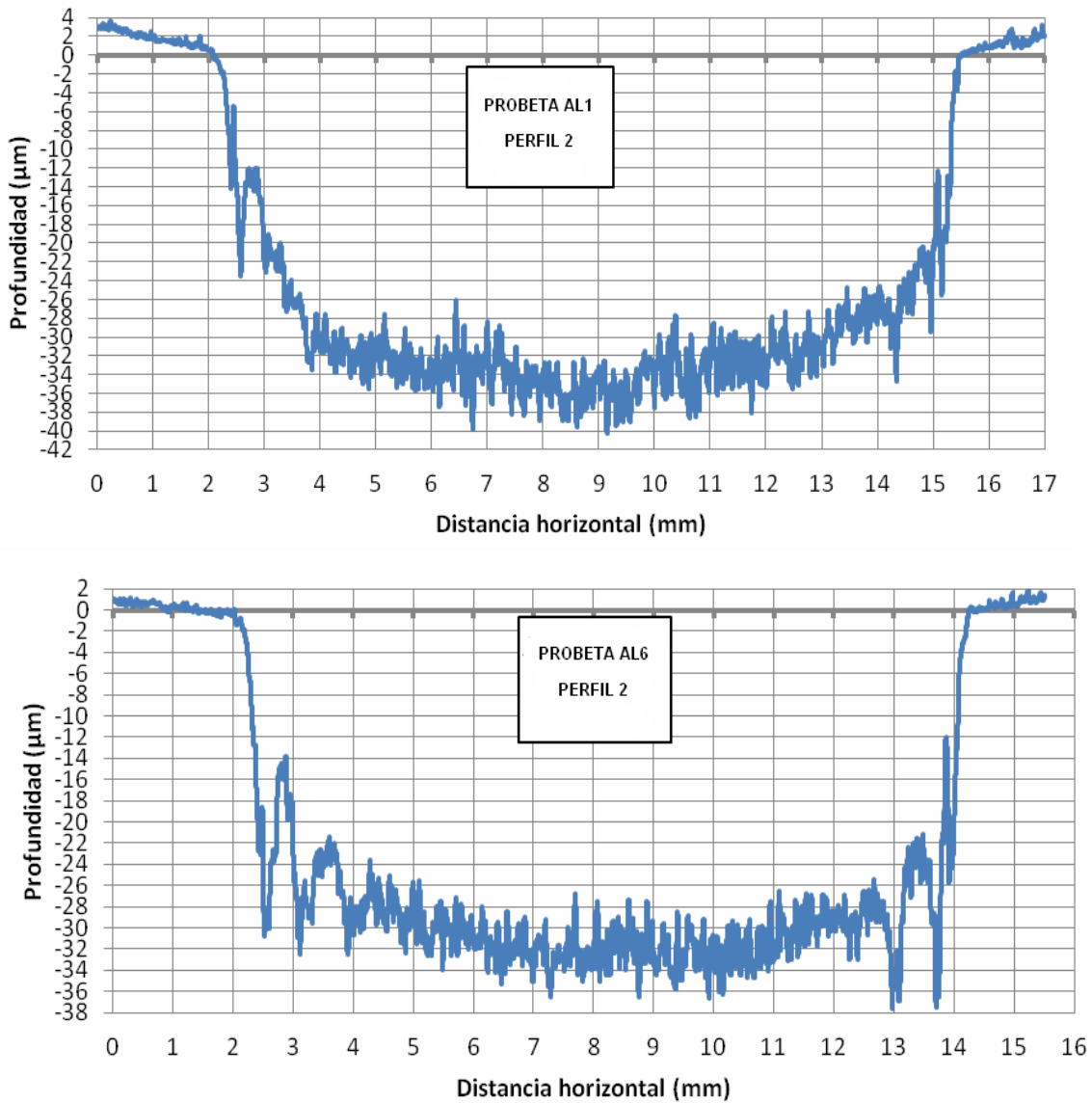


Figura 48.- Gráficas de perfilometría después del desbaste químico de las probetas AL1 y AL6, respectivamente.

Para determinar los esfuerzos residuales de algunas de las muestras tratadas por los ambos procesos superficiales se llevó a cabo la medición de éstos con un *Difractómetro de rayos X PROTO-iXRD*. Los espacios reticulares con esfuerzos residuales se midieron mediante radiación Cr-K α en los planos (21.3) de la fase hexagonal α para la aleación Ti-6Al-4V. Para la aleación de acero inoxidable (420) Para la determinación de esfuerzos residuales en ambas aleaciones se utilizó el método de $\text{sen}^2 \psi$.

Las mediciones del trabajado en frío se determinaron mediante la técnica de la anchura total a la mitad del máximo de los picos de difracción de rayos-X (por sus siglas en inglés, FWHM). Se sabe que mediante los valores obtenidos con la técnica FWHM se puede conocer el grado de trabajado en frío presente en un material deformado. Las muestras a las que se les realizó esta prueba están denominadas como AL1 y AL6 correspondientes a acero inoxidable 316 LVM tratados con láser. En la Tabla II.9 se muestran algunos de los parámetros utilizados para realizar esta medición.

Tabla II.9.- Parámetros utilizados para medir esfuerzos residuales mediante DRX.

Material	Tubo de rayos X	Nº de exposiciones	Planos analizados	Potencia	Colimador	Localización del pico
Acero inoxidable 316 LVM	Cr-K α	20	(420)	20 KV y 4 mA	AP-1	Gaussiana
Ti-6Al-4V	Cr-K α	20	(21.3)	20 KV y 4 mA	AP-1	Gaussiana

2.5 TRATAMIENTO TÉRMICO: RELEVADO DE ESFUERZOS RESIDUALES

Con el fin de establecer cómo afectan los procesos superficiales láser y chorro de agua en la aleación Ti-6Al-4V y acero inoxidable 316LVM en las mediciones del PTE de contacto y no contacto. Se realizaron tratamientos térmicos de relevado de esfuerzos parcial y total para cuantificar los esfuerzos residuales y relacionar los resultados obtenidos por las dos técnicas no destructivas antes mencionadas. Dependiendo del tipo de tratamiento mecánico superficial tal como: granallado, láser, chorro de agua, rolado, etc., se inducen no solamente diferentes grados de esfuerzos residuales y profundidades de penetración; sino aún más significativo, diferentes grados de trabajado en frío.

La fig. 49 muestra esquemáticamente el proceso de relajación térmica (línea sólida), la cual no afecta la distribución de la profundidad de los esfuerzos residuales, aunque reduce

significativamente su magnitud. Sin embargo, este modelo no considera que cierto tipo de tratamientos mecánicos superficiales tales como: granallado y chorro de agua inducen un alto y/o mediano grado de trabajado en frío en el material, lo cual tiende a reducir substancialmente la temperatura de relajación de esfuerzos a profundidades muy cercanas a la superficie. Por lo tanto, en muchos casos, la relajación directamente cercana a la superficie es mucho mayor que a profundidades mayores. Además, de que el perfil de profundidad de los esfuerzos residuales tiende a distorsionarse durante la relajación térmica, ya que las técnicas de PTE miden un promedio de la variación del material debajo de la superficie, una calibración absoluta de las técnicas es muy difícil. Por lo cual se tendrá que basar en curvas de calibración empíricas que son obtenidas separadamente para diferentes materiales, tratamientos superficiales y relajación térmica de los esfuerzos.

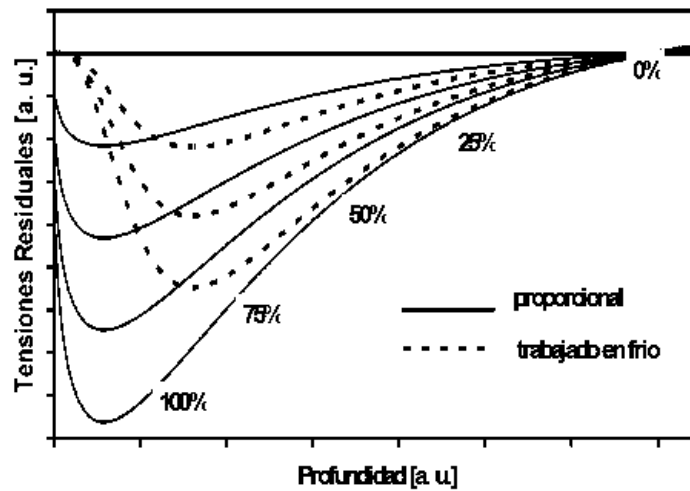


Figura 49-. Gráfica de relajación térmica de esfuerzos residuales con respecto a la profundidad en un material [34].

Las muestras de Ti-6Al-4V y acero inoxidable austenítico 316 LVM fueron sometidos a un proceso de relevado de esfuerzos parcial y total, el cual consistió en calentar hasta 595°C y 710°C para las muestras de Ti-6Al-4V, manteniéndolos a 1 hora y 2 horas respectivamente. Para el caso de las muestras de acero inoxidable austenítico 316 LVM se llevaron a cabo dos tratamiento térmicos a 380°C por una hora y 700°C por una hora. Las mediciones de PTE se realizaron con la finalidad de estudiar los cambios microestructurales y estimar de manera cualitativa los esfuerzos residuales, refinamiento de grano y trabajado en frío en ambos procesos anteriormente mencionados.

CAPITULO III: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 CARACTERIZACIÓN TOPOGRÁFICA Y MICROESTRUCTURAL DEL TRATAMIENTO MEDIANTE CHORRO DE AGUA (WJP)

En este capítulo se muestran las imágenes correspondientes a dos muestras de acero inoxidable austenítico 316 LVM por microscopía electrónica de barrido (MEB) (Fig. 50). En las imágenes se observa la topografía característica de dos muestras AW2 y AW4, ambas tratadas con el proceso con chorro de agua a presión constante de 360 MPa y velocidades de avance de 50 mm/min y 450 mm/min, respectivamente. Uno de los efectos importantes del tratamiento es la erosión superficial de material, en la fig. 50(a) se observa mayor profundidad del daño por el chorro y mayor número de intrusiones con una velocidad de avance más lenta. Además, debe notarse que esta técnica es un proceso limpio, no se utilizaron partículas para granallar y en las imágenes se corrobora la ausencia de contaminación con partículas incrustadas.

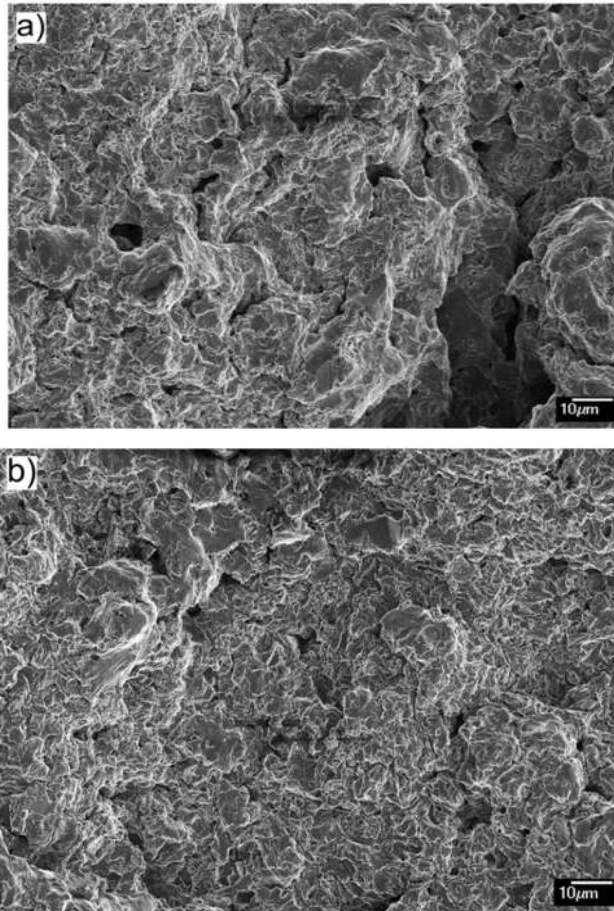


Figura 50.- Imágenes MEB de las muestras 316 LVM tratadas con chorro de agua: (a) muestra AW2, TS=50 mm/min y (b) muestra AW4, TS=450 mm/min.

En la tabla III.1 se resumen tres parámetros que caracterizan la topografía superficial; Ra, Rz y A, definidos en la sección 3.4.1. De acuerdo a los valores obtenidos, se observa que Ra se encuentra alrededor de 12 μm independiente de la velocidad de avance empleado. El parámetro Rz también posee un valor similar y no se muestra gran diferencia en el valor para ambas velocidades de avance. Sin embargo, debe notarse que los valores de rugosidad (Ra y Rz) disminuyen ligeramente cuando se aumenta la velocidad transversal (TS), lo que indica que la rugosidad y la profundidad del surco es función del tiempo y la velocidad de avance. De acuerdo a la tabla, se observa que la cantidad de material removido disminuye según aumenta la velocidad de avance. Por lo tanto, este parámetro permite determinar la cantidad de rugosidad deseada sobre la superficie en nuestras aleaciones. Sin embargo, se debe considerar y conocer las propiedades intrínsecas del material (composición química y propiedades mecánicas) para aplicar un proceso superficial, ya que los resultados no serán los mismos con otras aleaciones.

Tabla III.1.- Valores de rugosidad Ra, Rz, profundidad de surco, A, y pérdida de volumen por unidad de longitud, V_1 , en las muestras de acero inoxidable 316 LVM en función de la velocidad de avance.

	Velocidad de avance, TS (mm/min)	
	50	250
Ra (μm)	13 ± 1	11 ± 2
Rz (μm)	63 ± 6	58 ± 2
A (μm)	115 ± 5	100 ± 1
V_1 (mm ³ /mm)	0.14 ± 0.02	0.08 ± 0.01

A continuación, se presenta la caracterización metalográfica de secciones transversales del acero inoxidable austenítico 316 LVM por microscopía óptica (fig. 51) tratadas mediante proceso con chorro de agua. De acuerdo a las imágenes de las secciones transversales se muestra que con la velocidad de avance más lenta, fig. 51(a), se producen perfiles de rugosidad y surcos más profundos que las tratadas con la velocidad más rápida, fig. 51(b). Por lo tanto, éste hecho se explica debido a que la velocidad de avance más lenta implica tiempos más largos de permanencia del chorro de agua impactando sobre el mismo punto de la muestra; 0.96 segundos y 0.48 segundos para 50 mm/min y 250 mm/min, respectivamente.

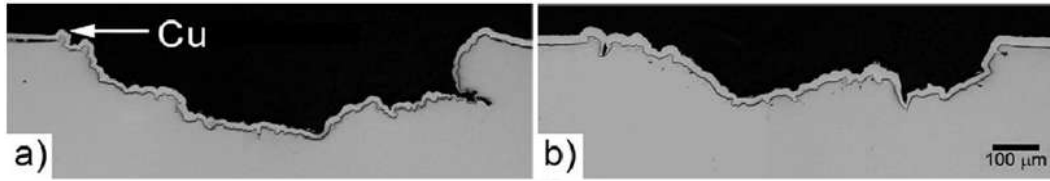


Figura 51.- Imágenes de microscopía óptica de las secciones transversales de las muestras tratadas con WJP de acero inoxidable 316 LVM. (a) Muestra AW2 con velocidad de avance, TS=50 mm/min y (b) muestra AW4 con velocidad de avance, TS=450 mm/min.

A continuación, se muestran imágenes de microscopía electrónica de barrido donde se observa claramente la deformación causada por el tratamiento de chorro de agua. Se presentan imágenes que corresponden a una muestra tratada a una velocidad de avance de 50 mm/min antes y después del tratamiento de relevado de esfuerzos residuales (380°C/1hr), respectivamente (fig. 52 a y b). En la imagen se puede observar justo por debajo de la superficie en aproximadamente 10 μm de profundidad, fig. 52(a), y 5 μm de profundidad, fig. 52(b), una zona altamente deformada con grano ultrafino. A partir de esa distancia el tamaño de grano aumenta progresivamente hasta una distancia de 70 μm , donde se alcanza el tamaño de grano del material base que en esta caso es el acero inoxidable austenítico 316 LVM.

Mientras que la fig. 52 (c y d) muestran la sección transversal de las muestras por medio del tratamiento de chorro de agua para la aleación de titanio Ti-6Al-4V, antes y después del tratamiento de relevado de esfuerzos residuales (595°C/1hr), en la cuales se observa el contraste de los granos debido a las diferencias en su orientación metalográfica. Además se muestra dos zonas claramente definidas debajo de la superficie tratada y el interior de la muestra lo cual revela dos diferencias significativas en la microestructura. La primera muestra una morfología filamentosa de la fase β justo debajo de la zona tratada. Las figs. 52 (c y d) denotan una región severamente deformada de aproximadamente 2–4 μm de espesor. Esta deformación es más evidente en la muestra TW1 que en la muestra TW2. Esta morfología de la fase β contrasta con la forma globular mostrada, además los granos α empiezan a crecer y volverse equiaxiales lo cual es un indicativo del proceso de recuperación/recristalización.

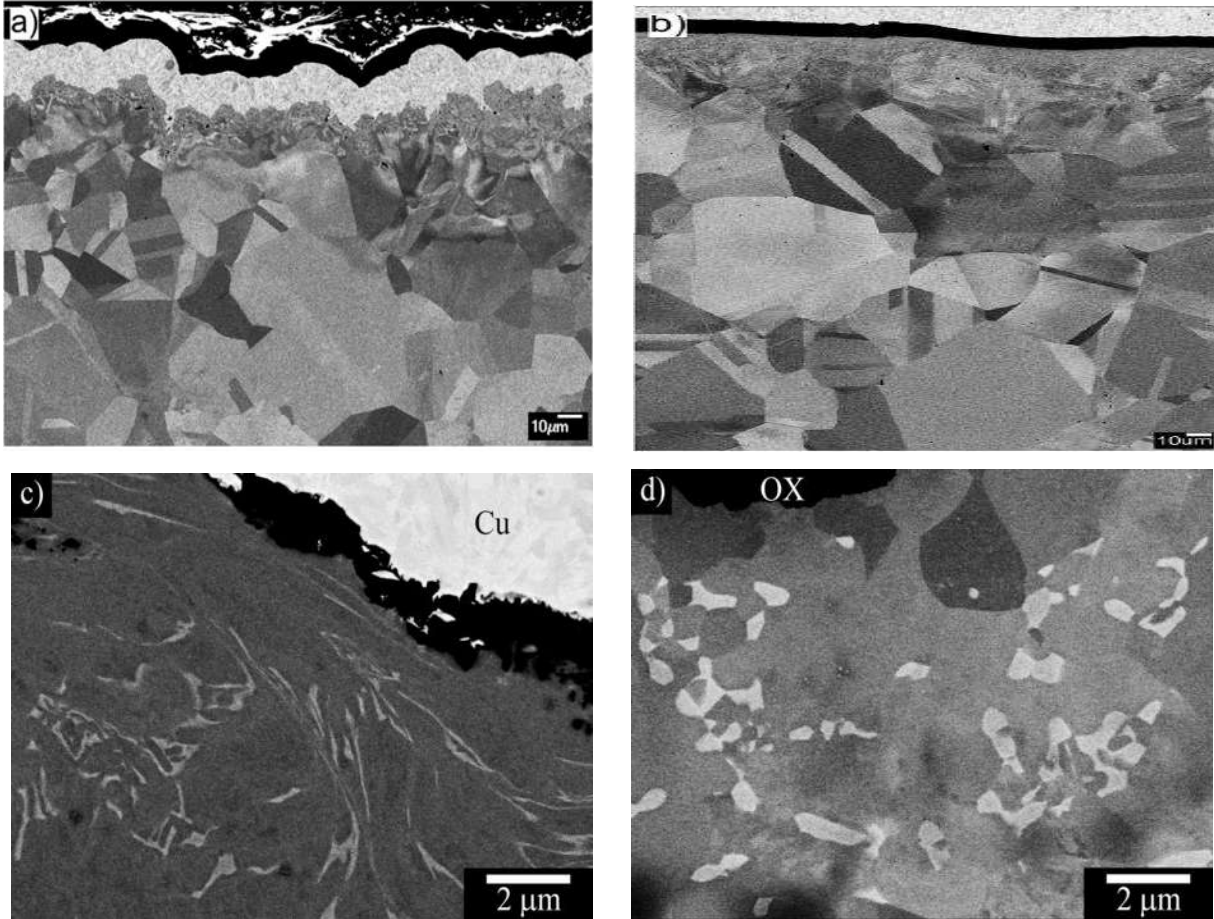


Figura 52.- Imágenes de MEB de la sección transversal del acero inoxidable 316 LVM y la aleación de titanio Ti-6Al-4V tratado mediante chorro de agua. Muestras: (a) muestra AW2, (b) muestra AW2+TT (380°C/1h) , (c) muestra TW1 y (d) muestra TW1+TT (595°C/1h).

3.2 CARACTERIZACIÓN TOPOGRÁFICA Y MICROESTRUCTURAL DEL TRATAMIENTO MEDIANTE LÁSER (LSP)

Las imágenes de la fig. 53 muestran algunas de las aleaciones de Ti-6Al-4V, la aleación de referencia con relevado de esfuerzos residuales, presenta una superficie en la que se aprecia la formación de cristales cúbicos y tetragonales correspondientes al óxido de titanio (TiO_2) que se forma debido al tratamiento térmico, fig. 53(a). Por otro lado, la muestra procesada con láser (TL2) presenta una topografía en la que se aprecia zonas pentagonales de tamaño homogéneo ($\approx 2 \mu\text{m}$), delimitadas por grietas submicrométricas. Es posible que además de ablación pueda haberse producido fusión por efecto termo-mecánico que provoca el láser sobre la superficie. La muestra procesada con láser en la que después se realizó un tratamiento térmico de relajado de esfuerzos

parcial, presenta una topografía similar a la anterior en la que se aprecia además la presencia de algunos cristales del óxido formado por el tratamiento térmico.

La aleación de Ti-6Al-4V atacada con láser en la que después se realizó un TT de relajado de esfuerzos total presenta una superficie cubierta casi en su totalidad por el óxido formado debido al tratamiento térmico. De acuerdo a la imagen mostrada, se observan cristales ortorrómbicos facetados y agujas, ambos de tamaño $\approx 1 \mu\text{m}$. Además, en esta muestra no se obtuvo valor alguno al momento de realizar la medición del potencial termoeléctrico, esto pudo ser causado por la formación de una capa de óxido en la superficie de la muestra debido al tratamiento térmico realizado.

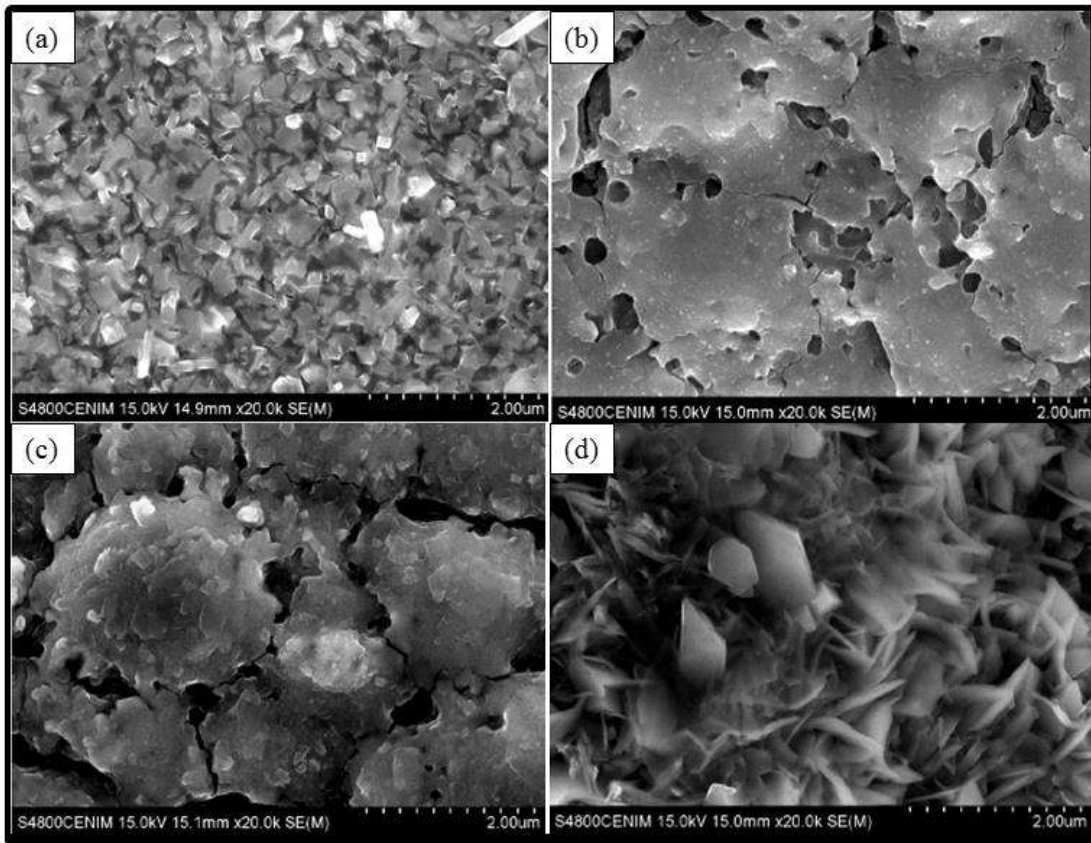


Figura 53.- Imágenes MEB de la aleación Ti-6Al-4V; (a) aleación de referencia, (b) muestra TL2 tratada con láser, (c) TAV2 + TT parcial y (d) TAV2 láser + TT total.

En la Tabla III.2 se muestran las rugosidades de algunas muestras tratadas con LSP, en particular de la muestra TL6 con tratamiento superficial y sin tratamiento térmico que las rugosidades de las muestras cambian cuando se aplica el tratamiento superficial.

Tabla III.2.- Rugosidades de muestras Ti-6Al-4V tratadas mediante LSP con y sin tratamiento térmico.

Muestra	Rugosidad, Ra (μm)
Referencia	1.84 \pm 0.05
Ti-6Al-4V Ref. + TT (710°C / 2hr)	1.70 \pm 0.10
Muestras tratadas con láser	5.43 \pm 0.40
TL6 + TT (595°C / 1hr)	5.67 \pm 0.29
TL6 + TT (710°C/ 2hr)	5.33 0.31

A continuación, se muestran imágenes de microscopía electrónica de barrido donde se observa claramente la deformación causada por el tratamiento de láser (fig. 54). En las secciones transversales de las dos probetas procesadas con los mismos parámetros del láser y con $\lambda=1064$ nm, pero con y sin tratamiento de relajación de esfuerzos se observa que ambas presentan una zona más oscura en la parte más superficial, que corresponde al óxido formado tras el procesado con láser, fig. 54 (a y b). En la sección que no fue tratada térmicamente, se aprecia una zona algo menos oscurecida bajo esta capa de óxido, que podría corresponder a la difusión de oxígeno. Además se observa la formación de grietas, cuya longitud llega hasta donde acaba esa zona de difusión de oxígeno, separadas entre sí una distancia correspondiente a la que presentaban las grietas superficiales que se veían en las imágenes de las superficies por MEB. Sin embargo, la muestra tratada térmicamente procesada (595°C/1h), presenta menos número de grietas con menor profundidad, pero mantiene la capa de óxido. Con respecto a la morfología de la fase α y β antes y después del tratamiento térmico se observa un comportamiento semejante al presentado en las muestras tratadas con chorro de agua.

La microestructura de la subsuperficie se ve modificada por el proceso de láser, mostrando diferencias en el tamaño de grano, fig. 54 (c y d). Aunque los límites no están bien definidos, se distinguen tres zonas en ambas muestras. La zona justo por debajo de la superficie está caracterizada por una microestructura ultrafina de 30 μm de profundidad (Figura 56 c) y de 15 μm de profundidad (Figura 56 d). Las heterogeneidades en la distribución del tamaño de grano pueden detectarse dentro de esta zona submicrométrica, con áreas en las que el tamaño de grano es de unos 500 nm y áreas con granos por debajo de los 100 nm. La siguiente zona presenta una gran deformación de los granos. En la tercera y más profunda se nota un cambio progresivo en el

tamaño de grano y en la orientación cristalográfica. Los granos ya no se ven alterados a profundidades mayores de 200 μm y 100 μm para ambos casos respectivamente.

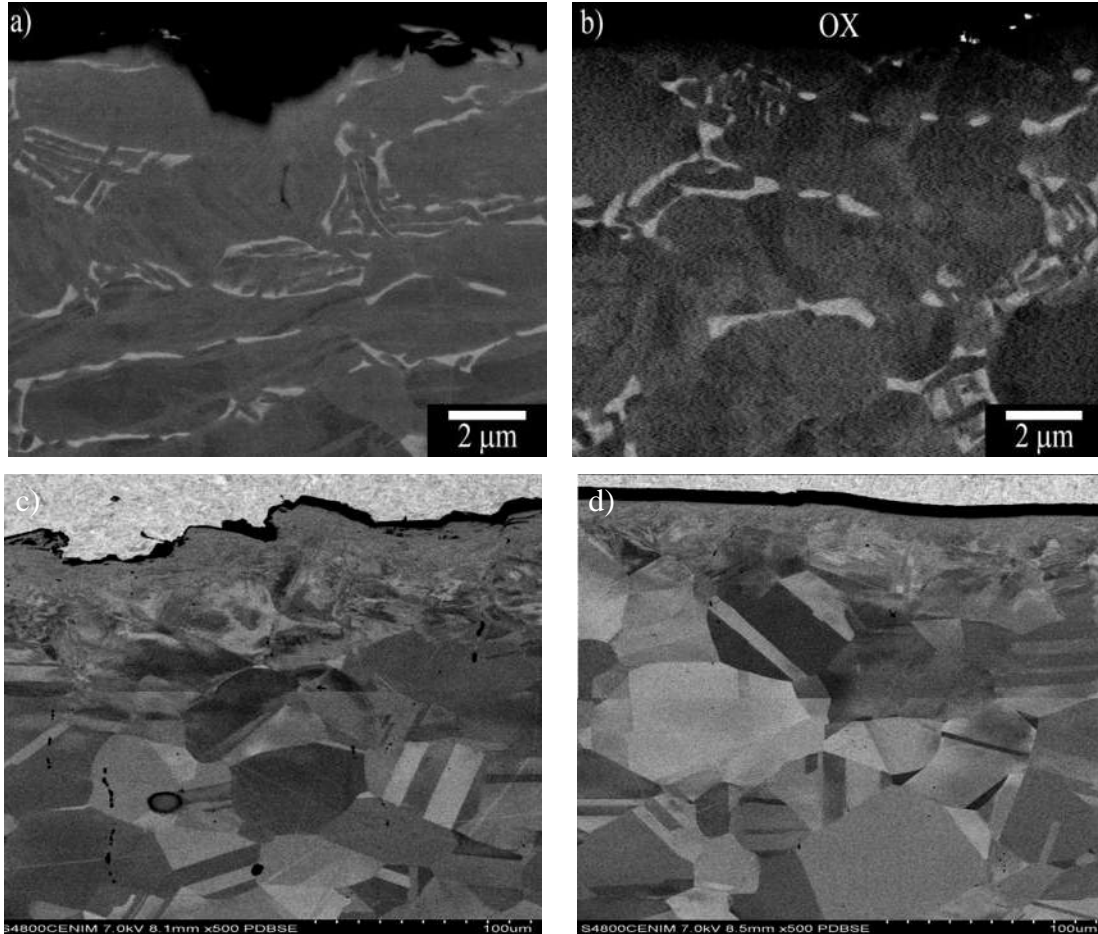


Figura 54.- Imágenes de MEB de la sección transversal del acero inoxidable 316 LVM y la aleación Ti-6Al-4V tratado mediante láser. (a) Muestra TL1, (b) muestra TL1+TT(595°C/1h), (c) muestra AL1 y (d) muestra AL1 +TT(380°C/1h).

3.3 RESULTADOS DE PTE MEDIANTE TÉCNICA DE CONTACTO

La parte de resultados del PTE de contacto se presentan gráficas que corresponden a la medición del potencial termoeléctrico de las muestras de Ti-6Al-4V y acero inoxidable austenítico 316 LVM mediante la técnica de contacto. Esta técnica se realizó con puntas de cobre y oro, para cada muestra se realizaron treinta mediciones y se obtuvo el promedio. Además, se realizó una calibración para correlacionar los valores de PTE relativos y finalmente obtener valores de PTE absolutos mediante la obtención de una ecuación de regresión lineal.

La fig. 55 muestra la medida de poder termoeléctrico absoluto [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$] utilizando la técnica de contacto en las probetas de Acero Inoxidable 316 LVM tratadas mediante procesamiento láser y chorro con agua. En la figura 55(a) se muestran valores de PTE para muestras de acero inoxidable 316 LVM con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total para obtener diferentes niveles de recristalización. De acuerdo a los resultados obtenidos se puede observar que existe una clara anisotropía intrínseca en el material de referencia debido a la estructura cristalina.

Cuando se aplica el proceso superficial con láser, los valores de PTE no son del mismo valor ya que existe una relación directa entre el refinamiento de grano y los cambios en la resistencia eléctrica y térmica. Estos valores se encuentran entre $2 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ y $5 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$, pero cuando se aplica tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total éste valor decrece hasta alcanzar los valores iniciales de referencia. Por lo tanto, se corrobora que mediante la técnica de PTE de contacto se puede determinar cualitativamente el grado de deformación causado por el procesamiento láser. Sin embargo, es importante realizar un modelo que permita encontrar una relación directa los valores de esfuerzos residuales por DRX y PTE de contacto.

La variación de los parámetros (potencia, número de pulsos y longitud de onda) en el proceso por láser determina la cantidad de efectos producidos en el acero inoxidable. Las muestras AL1, AL2 y AL3 presentan potenciales termoeléctricos similares ya que se mantuvo la longitud de onda de 1064 nm y número de pulsos igual a 2, fig. 55(a). Sin embargo, para el caso de la muestras AL4 y AL6 la cantidad de pulsos se incrementó a 6 creando mayor cantidad de esfuerzos residuales y mayor modificación microestructural. Por lo tanto, mediante mediciones del potencial termoeléctrico de contacto se puede relacionar cualitativamente la cantidad de efectos producidos subsuperficiales en un material.

En la fig. 55(b) se observan los resultados obtenidos para el acero inoxidable 316 LVM tratada con procesamiento chorro con agua, estos valores nos indican una modificación en la estructura cristalina en las diferentes muestras. Los valores del potencial termoeléctrico se encuentran entre 2 y $6 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ debido a la variación de los parámetros en las muestras, y una disminución muy clara cuando a éstas muestras se les aplicó tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total hasta alcanzar valores muy cercanos a referencia.

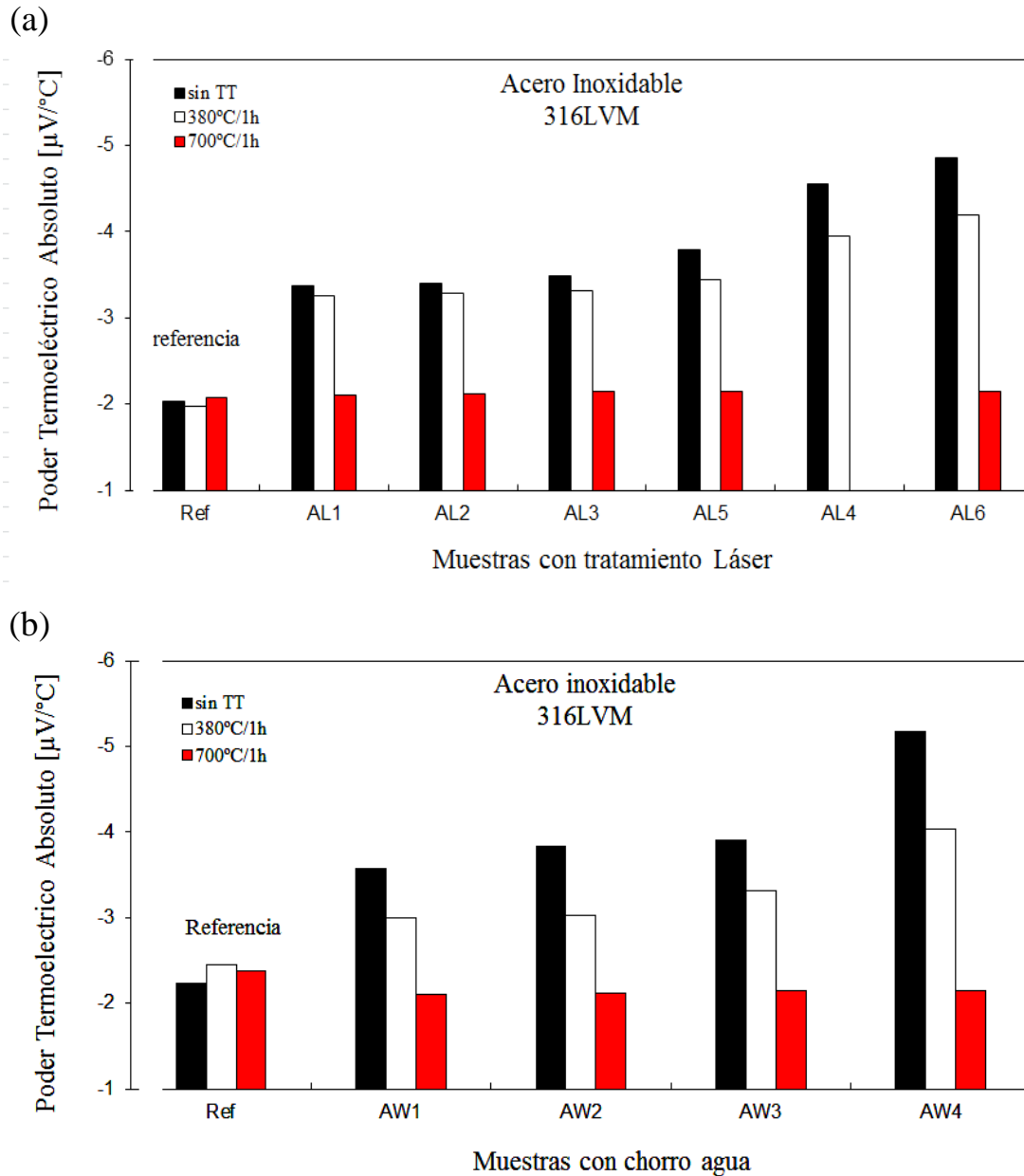


Figura 55.- Medida de poder termoelectrico en Acero Inoxidable 316 LVM utilizando la técnica de contacto con y sin tratamiento térmico tratadas mediante: (a) láser y (b) chorro de agua.

Mediciones del PTE para la aleación Ti-6Al-4V tratadas mediante láser y chorro de agua se muestran en la fig. 56. En el capítulo de desarrollo experimental se mencionan los parámetros utilizados en ambos procesos. En la gráfica de la fig. 56a se observa cómo aumenta el valor del potencial termoelectrico a partir de la muestra TL1 hasta la muestra TL6, esto es debido al hecho en el aumento en el número de pulsos/cm² para cada muestra. La relación que tiene un material

con su estructura cristalina y las propiedades eléctricas han sido ya estudiadas y determinadas para muchas aleaciones, es decir, cuando se modifica la estructura cristalina en una aleación mediante algún proceso de deformación, la resistencia eléctrica también se modifica. Con el uso de la técnica de PTE de contacto esta relación se puede medir cualitativamente y se puede corroborar mediante DRX y medir la cantidad de esfuerzos residuales por capas superficiales y obtener un promedio.

La fig. 56(b) muestra los resultados obtenidos de PTE de contacto para muestras de Ti-6Al-4V tratadas con chorro con agua, la muestra de referencia muestra mayor anisotropía intrínseca comparada con la aleación de acero inoxidable y los valores de PTE se encuentran muy cercanos a $5 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$. Los valores de PTE varían dependiendo de los parámetros en cada proceso de modificación superficial, a partir de la muestra TW1 el valor de PTE aumenta hasta un valor entre $7 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ y $8 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ esto significa que existe deformación en la estructura cristalina aumentado con ello la densidad de esfuerzos residuales. Para las muestras TW2 y TW3 los valores de PTE se encuentran entre $7 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ y $8 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$, por lo tanto se observa que mediante esta técnica se puede observar la deformación causada sobre las muestras. Con los tratamientos térmicos de relevado de esfuerzos disminuye los valores del potencial debido a que se puede propicia la recristalización en las muestras, hasta alcanzar los valores de referencia.

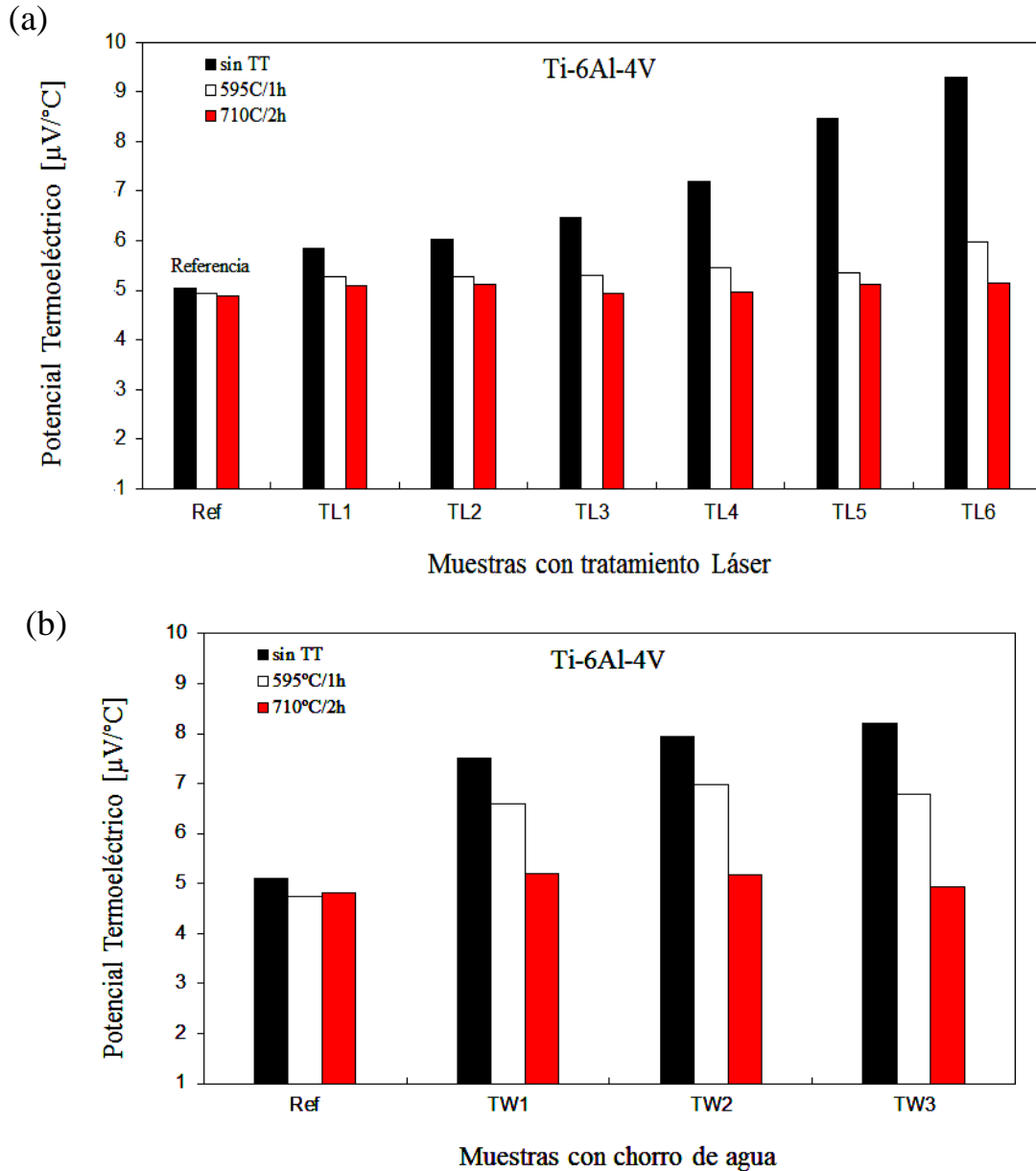


Figura 56.- Medida de poder termoeléctrico utilizando la técnica de contacto con y sin tratamiento térmico tratadas mediante chorro de agua y láser. (a) Probetas de acero inoxidable 316 LVM y (b) Probetas de Ti-6Al-4V.

Para demostrar dicha dependencia las probetas de ambas aleaciones se sometieron a tratamientos térmicos de relevado de esfuerzos total y parcial respectivamente dando como resultado un decremento gradual en el coeficiente de poder termoeléctrico, particularmente en las probetas Ti-6Al-4V. Sin embargo, se esperaba obtener valores del PTE similares a los obtenidos en las probetas pulidas después del tratamiento de recristalización en ambas aleaciones. Dicha discrepancia es debida principalmente a que la medida del PTE registrada es de tipo volumétrico

mientras que los cambios microestructurales inducidos por los dos procesos: láser chorro de agua son de tipo sub-superficial.

3.4 RESULTADOS DE PTE MEDIANTE TÉCNICA DE NO CONTACTO

Los resultados de potencial termoeléctrico de no contacto se presentan en esta sección, donde se muestran los gráficos correspondientes a las muestras de los datos experimentales con la densidad de flujo magnético inducido por corrientes termoeléctricas en probetas de Ti-6Al-4V y acero inoxidable austenítico 316 LVM. La fig. 57 corresponde a valores experimentales correspondientes a la aleación de acero inoxidable 316 LVM tratada con láser y chorro de agua. Las muestras AL1, AL2 y AL3 corresponden a muestras donde el número de pulsos aumentó de 1 a 2 y en los cuales aumentó ligeramente la densidad de flujo a 2 unidades (nT) pero existe deformación en la subsuperficie y con los tratamientos térmicos decremента la densidad de flujo tal como se observa en la gráfica, fig. 57(a). Las muestras AL4 y AL6, presentan valores de densidad de flujo más altos para el acero inoxidable 316 LVM, ya que el número de pulsos se incrementó a 6 con lo cual se puede predecir que existe mayor densidad debido a que la onda de choque se pudo propagar más a través del material y así causar mayor deformación en el material, fig. 57(a).2

La gráfica de la fig. 57(b) presenta los valores correspondientes al tratamiento con chorro de agua para el acero inoxidable 316 LVM en donde los parámetros como presión de agua y la velocidad de avance variaron para las muestras. Los valores de densidad de flujo magnético de referencia se encuentran cercanos a 2 nT, mientras que para la muestra AW1 tratada a una presión de 240 MPa y velocidad de avance 250 mm/min se registró un flujo magnético cercano a 6 nT lo cual demuestra que se deformó la microestructura en el acero y por lo tanto las corrientes termoeléctricas varían en el material creando una diferencia de potencial termoeléctrico diferente a los valores de referencia. Lo mismo ocurrió para las muestras AW2, AW3 y AW4 donde la presión de agua se mantuvo e incrementó a 360 MPa con una velocidad de avance 50, 250 y 450 mm/min, respectivamente, y la densidad de flujo incrementó hasta alcanzar valores cercanos a 9 nT lo cual en las micrografías MEB se pudo constatar la deformación causada. La rugosidad también se modificó creando una relación directa con respecto a la velocidad de avance, es decir,

para velocidades de avance lento se crea mayor rugosidad en comparación con velocidades de avance rápido.

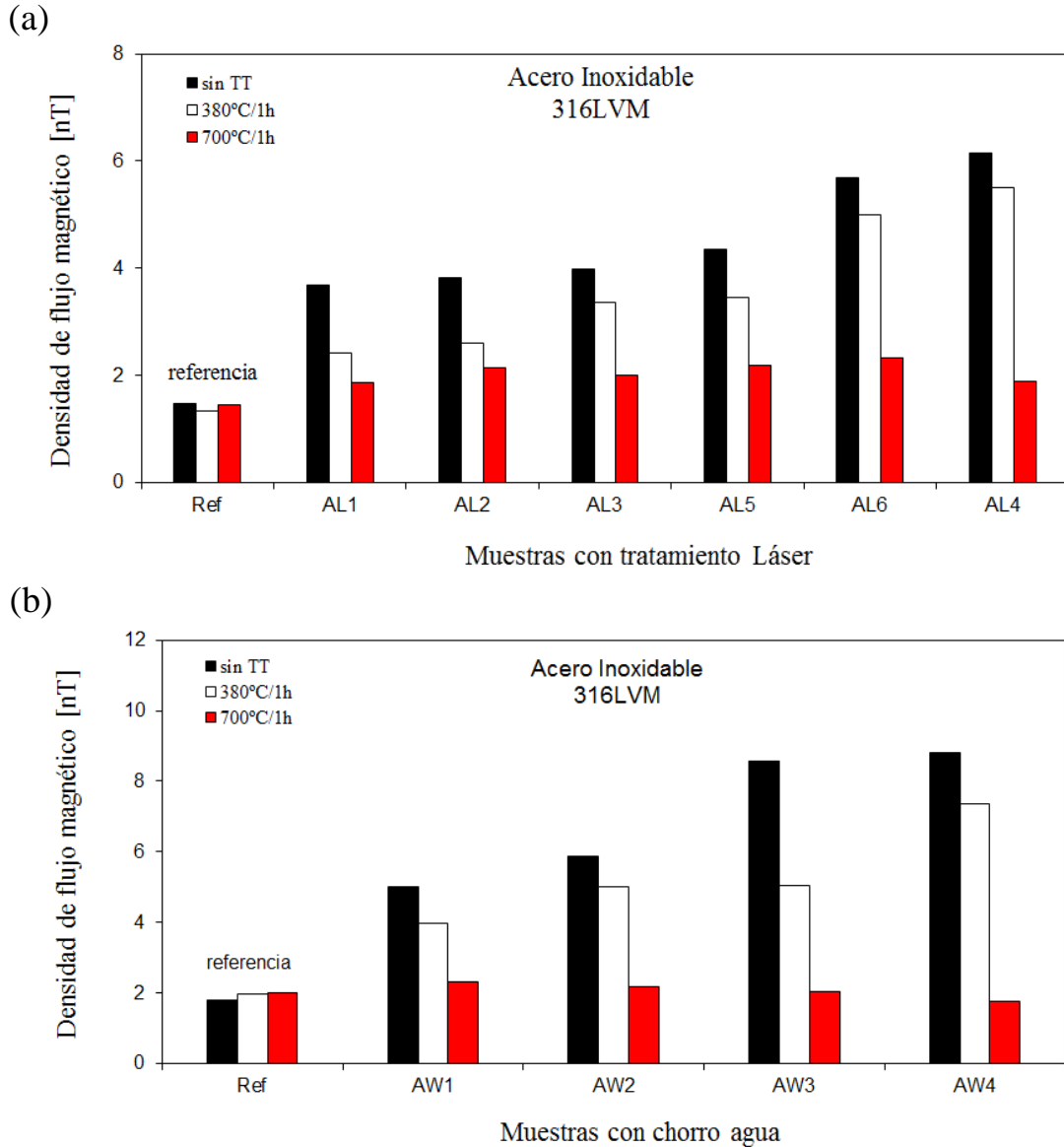


Figura 57.- Densidad de flujo magnético utilizando la técnica de no contacto con y sin tratamiento térmico en probetas de acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante: (a) láser y (b) chorro de agua.

Para las muestras de la aleación Ti-6Al-4V tratadas con láser y chorro de agua también se presentan los gráficos de densidad de flujo magnético. En la fig. 58(a) se muestra el gráfico correspondiente a muestras tratadas superficialmente con láser variando algunos de los parámetros como el número de pulsos/cm², obteniendo rugosidades desde 0.25, 0.35, 0.43, 0.29,

0.33 μm . Mediante la técnica de PTE de no contacto se registraron los valores de densidad de flujo magnético con y sin tratamiento térmico obteniendo un incremento a partir de la muestra TL1 hasta la muestra TL6 debido a que lo pulsos/cm² aumento gradualmente obteniendo así diferentes grados de deformación por la onda de choque a través de la aleación Ti-6Al-4V. Por lo tanto mediante esta técnica se puede predecir de manera cualitativa los niveles de esfuerzos residuales en material comparando dichos valores contra los valores encontrados mediante difracción de rayos-X. Una diferencia importante entre los dos procesamiento superficiales, es que mediante la técnica láser se obtienen mayor cantidad de esfuerzos residuales en comparación con el chorro de agua.

La fig 58(b) muestra los resultados obtenidos de las muestras de la aleación Ti-6Al-4V tratadas con chorro con agua, donde el valor de PTE de no contacto para la muestra de referencia muestra la anisotropía intrínseca de la estructura cristalina con un valor muy cercano a 2 nT. A partir de la muestra TW1 se observa un aumento en los valores de densidad de flujo y disminuye dicho valor mediante tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total. Para las muestras TW2 y TW3 los valores de densidad de flujo magnético se encuentran muy cercanos a 8 nT, por lo tanto, se puede concluir que la técnica es de gran utilidad para conocer cualitativamente los efectos causados por un proceso de modificación superficial. Lo que se observa con esta técnica es que es muy sensible a cambios relacionados con la resistencia eléctrica y térmica, sin embargo, es importante comparar estos resultados con técnicas como difracción de rayos-X para correlacionar los resultados.

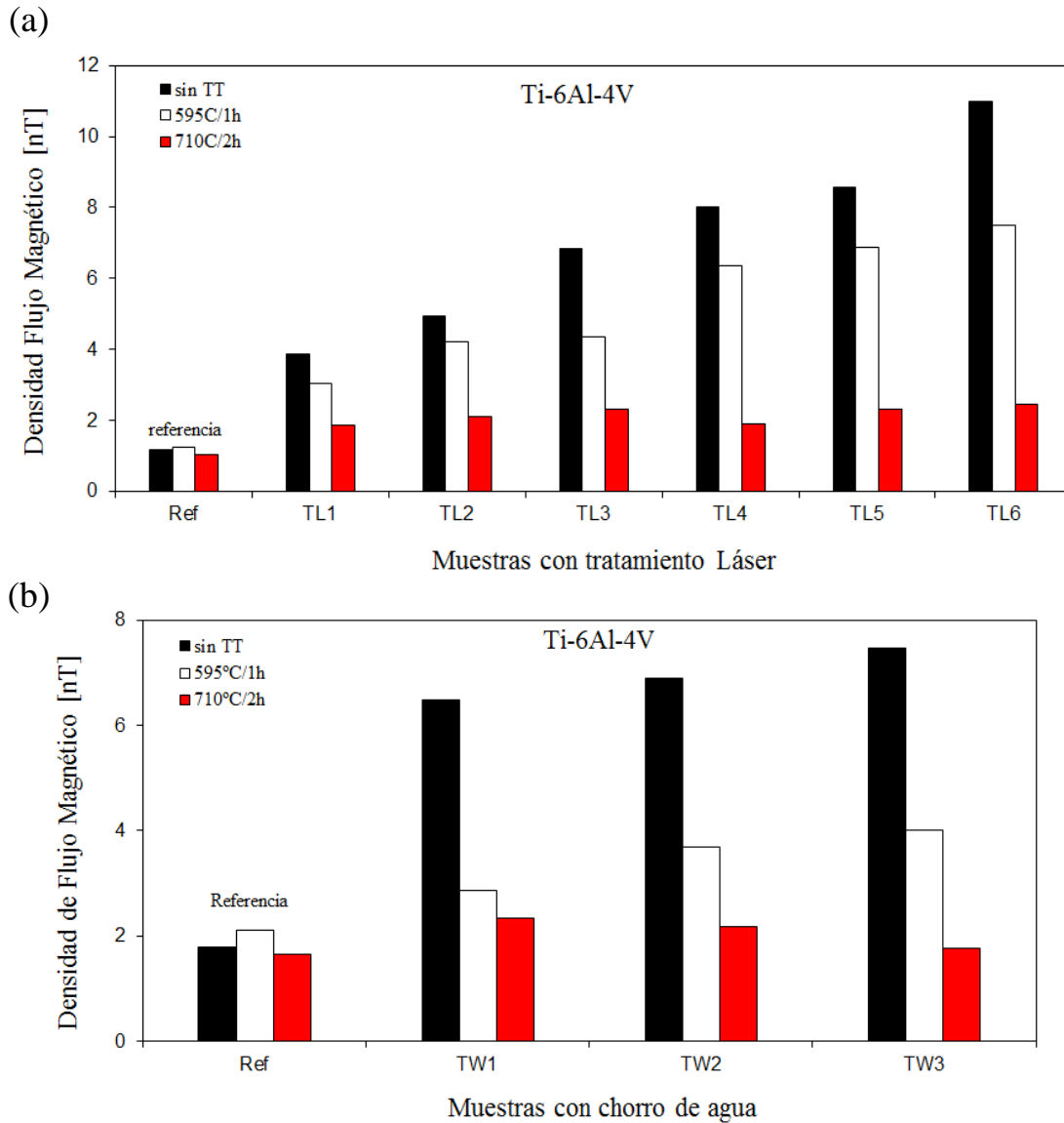


Figura 58.- Medida de poder termoeléctrico en probetas de la aleación Ti-6Al-4V utilizando la técnica de no contacto con y sin tratamiento térmico tratadas mediante: (a) láser y (b) chorro de agua.

Finalmente, la señal termoeléctrica desaparece después del tratamiento de relevado de esfuerzos total, por lo que la contribución de la rugosidad a la medida de los principales efectos inducidos por chorro con agua y láser son casi nulos.

3.5 RESULTADOS DE ESFUERZOS RESIDUALES POR DRX EN MUESTRAS DE ACERO INOXIDABLE 316 LVM Y Ti-6Al-4V TRATADAS CON CHORRO DE AGUA Y LÁSER

Para separar individualmente los efectos de esfuerzos residuales y trabajado en frío (endurecimiento y textura) en las mediciones del PTE resultantes, se muestra en las figs. 59 y 60 la distribución de los esfuerzos residuales de compresión de las probetas de acero inoxidable 316 LVM tratadas con los dos procesos superficiales láser y chorro de agua. La primera serie de datos (círculo) fue obtenida con el procesado inducido y sin tratamiento térmico, mientras que la segunda serie (cruz) fue obtenida después del tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial a 380°C/1h. Finalmente se muestra la tercera serie de datos (cuadrado) la cual fue obtenida después del tratamiento térmico de relevado de esfuerzos total a 700°C/1h con la finalidad de comparar y corroborar mediante las dos técnicas de PTE el grado de esfuerzos residuales inducidos por los procesos.

En general, los datos de los esfuerzos residuales obtenidos de las probetas procesadas sin tratamiento térmico muestran que la máxima capa de esfuerzos residuales de compresión está localizada muy cerca de la superficie. Además, de que los resultados indican un incremento en la profundidad de esta capa de esfuerzos residuales de compresión con el aumento de los pulsos/cm² y presión-velocidad de avance para el procesado con láser y chorro de agua respectivamente. Posteriormente los resultados de los esfuerzos residuales después del tratamiento térmico de relajación parcial muestran un decremento significativo en los esfuerzos de compresión inducidos para finalmente eliminarlos casi totalmente después del tratamiento térmico de relajación total para ambos casos.

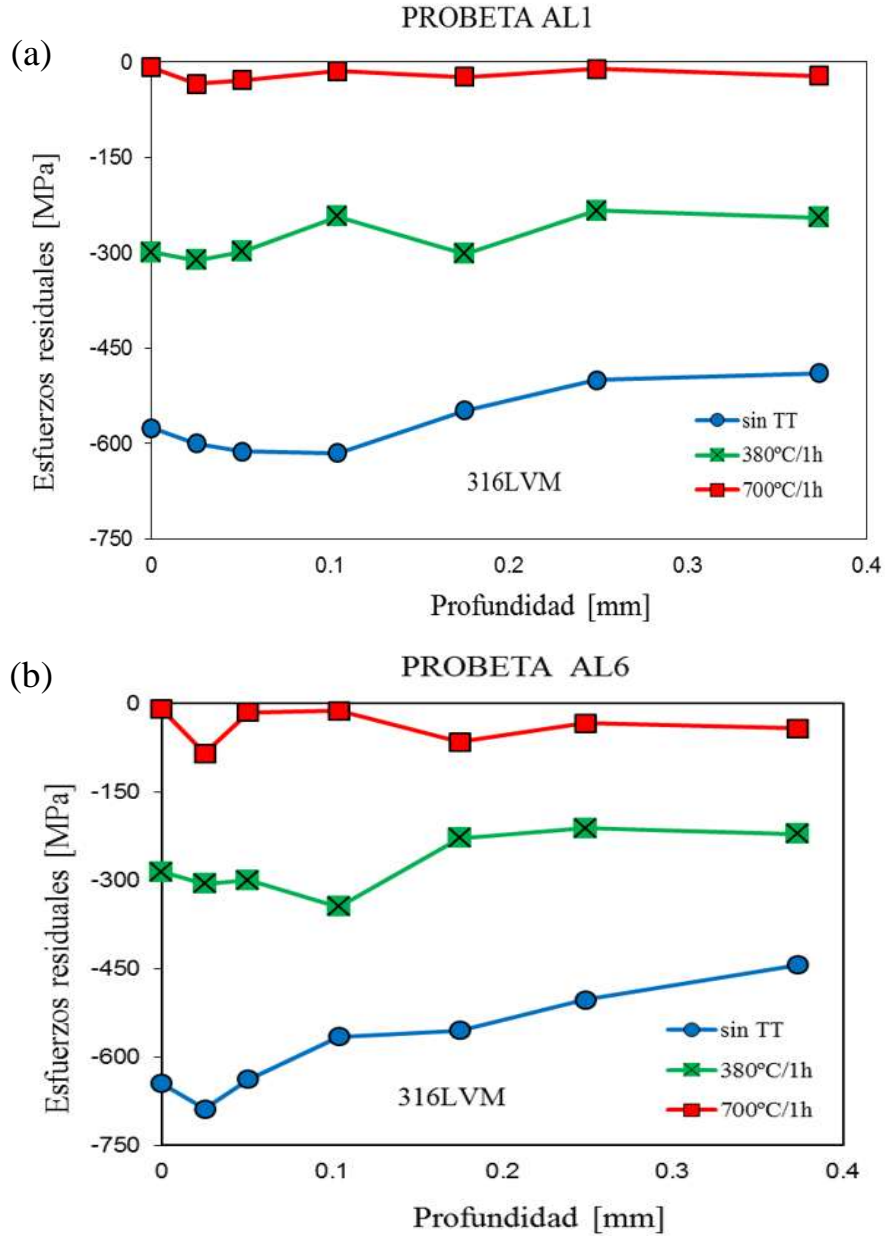


Figura 59.- Perfil de esfuerzos residuales de compresión a diferentes profundidades en acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante láser en muestras: (a) AL1 y (b) AL6.

En la fig. 60 se observan los perfiles de esfuerzos residuales de compresión en muestras AW1 y AW4 de acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante chorro de agua. La primer serie de datos con círculo azul corresponde a lo valores máximos alcanzados de esfuerzos residuales muy cercanos a la superficie y va decreciendo a través de la profundidad debido a que el proceso con chorro de agua es superficial. La segunda serie de datos con recuadro verde corresponde a los valores de esfuerzos tratada con tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial a 595 °C/1h

y en el que decrece los valores hasta alcanzar valores cercanos a -150 MPa. La tercera serie de datos con recuadro rojo corresponde a los valores registrados con tratamiento térmico de relevado de esfuerzos total a 710 °C/2h y donde desaparece la mayor cantidad de esfuerzos.

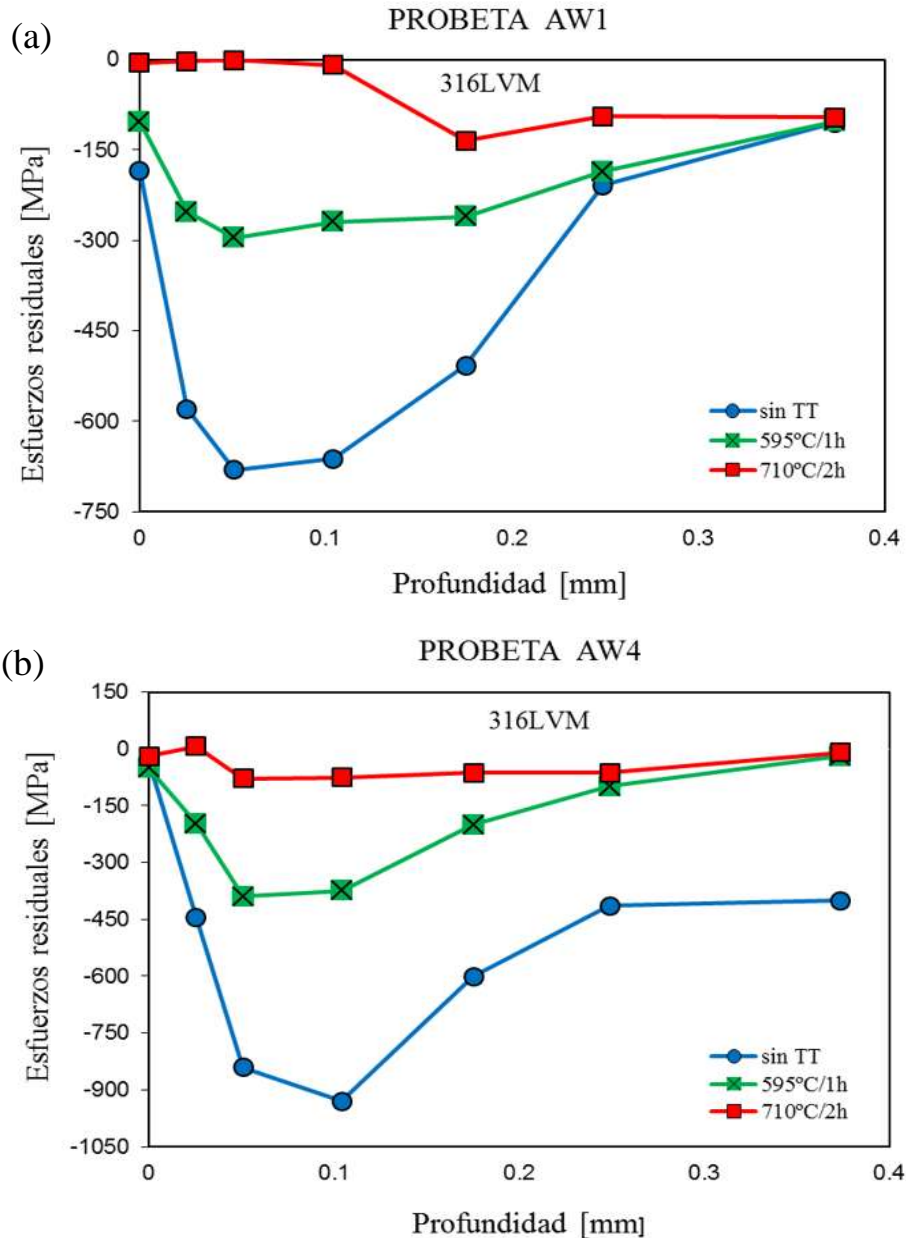


Figura 60.- Perfil de esfuerzos residuales de compresión a diferentes profundidades en acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante chorro de agua con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) AW1 y (b) AW4.

La fig. 61 muestra los niveles de esfuerzos residuales de compresión para muestras de la aleación Ti-6Al-4V (TL1 y TL6) tratadas mediante procesamiento superficial láser. En todas las muestras se aplicaron tratamiento térmico de relevado de esfuerzos residuales parcial y total con la finalidad de observar y comparar los resultados obtenidos en las mediciones de PTE con los de difracción de rayos X. La mayor cantidad de esfuerzos se registran en capas superficiales y subsuperficiales y estos van decreciendo a medida que las mediciones se realizan en capas más profundas.

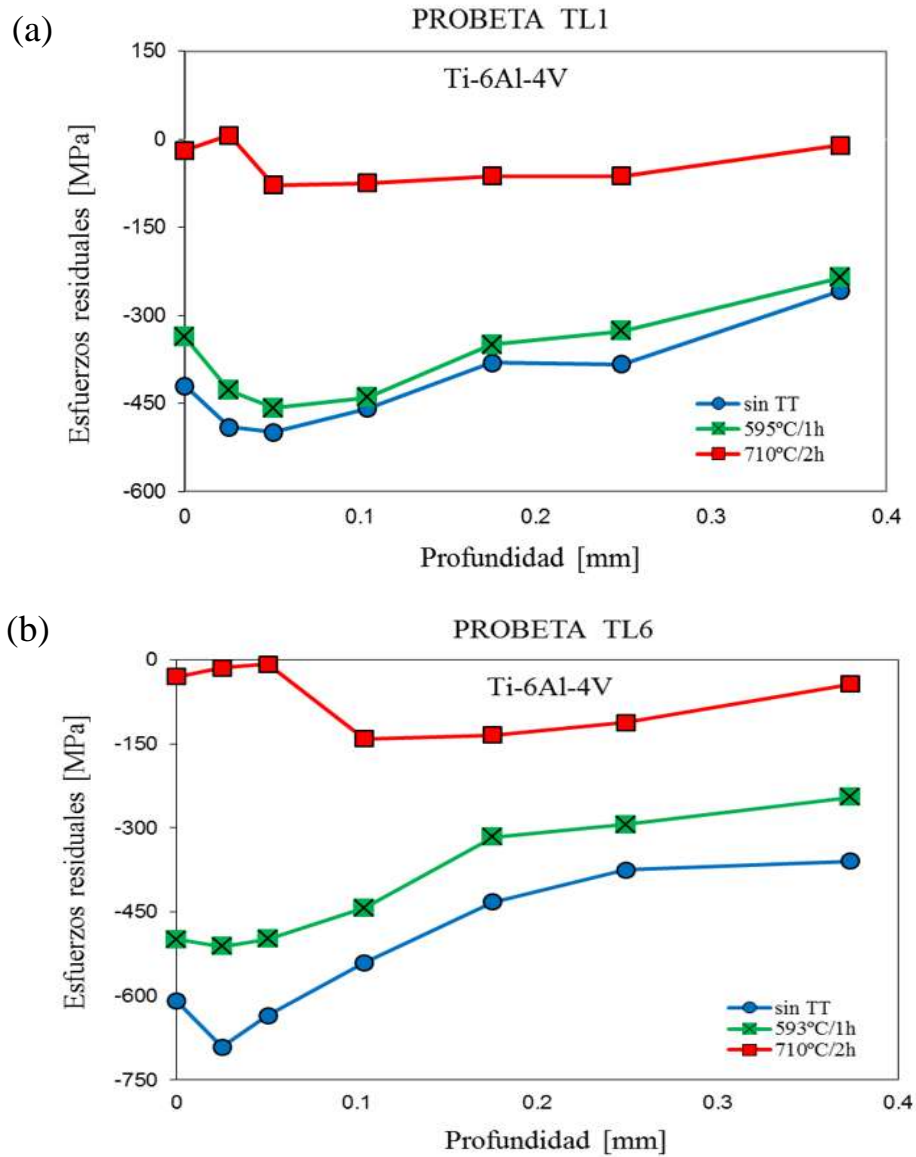


Figura 61.- Perfil de esfuerzos residuales de compresión a diferentes profundidades en Ti-6Al-4V tratadas mediante láser con y si tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) TL1 y (b) TL6.

A continuación, se presentan los resultados de esfuerzos residuales correspondientes a la aleación de Ti-6Al-4V de dos probetas TW1 y TW6 tratadas mediante el procesamiento con chorro de agua. Los mayores niveles de esfuerzos se encuentran en la superficie y subsuperficie (fig. 62), y de igual manera estos niveles de esfuerzos decrece con la profundidad debido a que la fuerza aplicada con el chorro sólo alcanza cierta profundidad en la muestra. Con los tratamientos térmicos de relevado de esfuerzos parcial y total se observa una gradual disminución de los esfuerzos residuales de compresión consecuencia del relajamiento en la estructura cristalina permitiendo el crecimiento de grano y la recuperación del mismo a través de la energía calorífica impartida por el tratamiento. La serie de datos de la línea azul de la fig. 62(a) muestran el perfil de esfuerzos residuales de compresión de la probeta TW1 hasta alcanzar -600 MPa y disminuyen los esfuerzos a través de la profundidad. La serie de datos de la línea verde y roja representan los valores de esfuerzos residuales de la probeta con tratamiento térmico parcial y total; la línea verde es resultado de un tratamiento térmico a 595 °C y la línea roja es resultado de un tratamiento térmico a 710 °C.

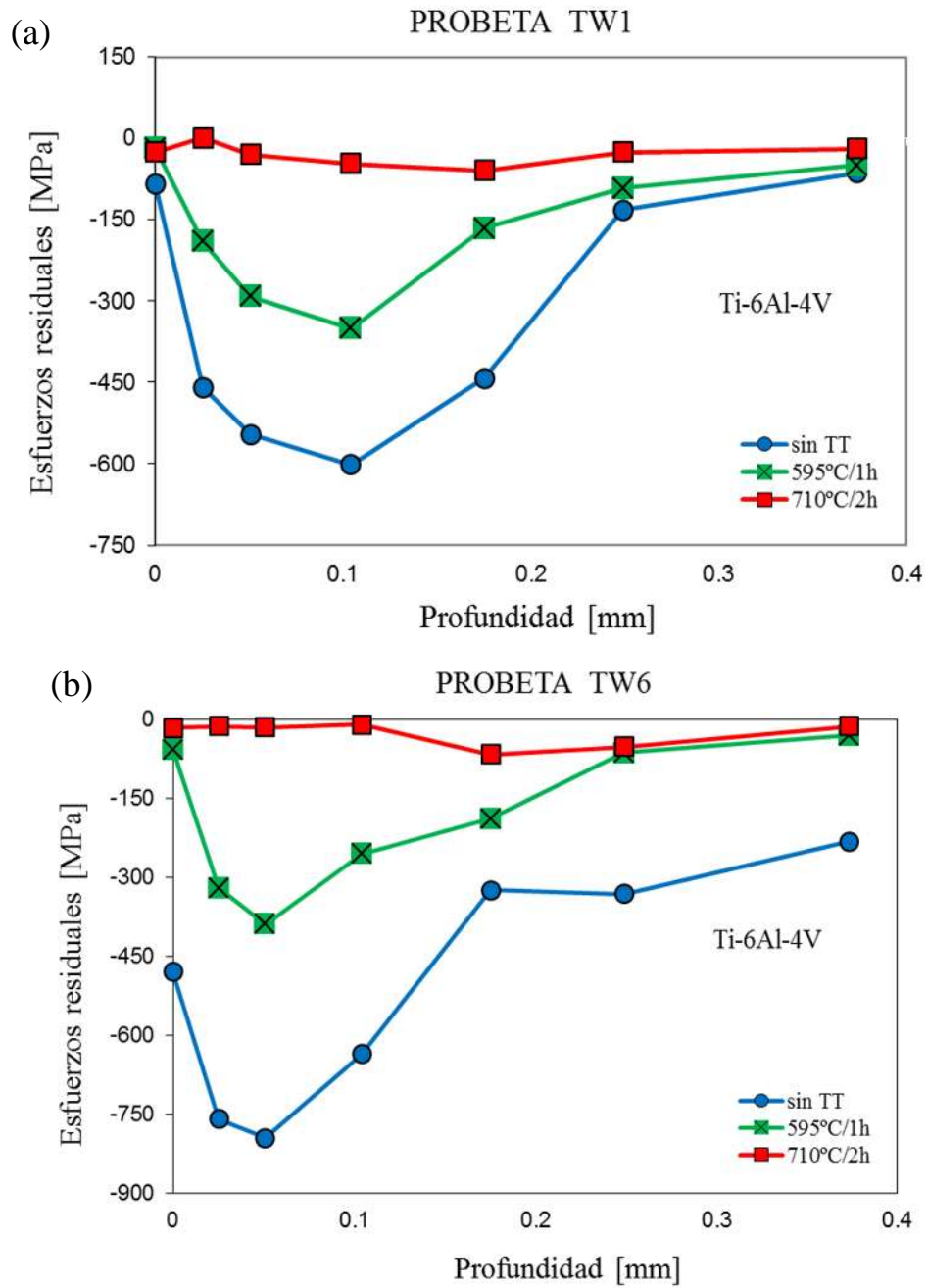


Figura 62.- Perfil de esfuerzos residuales de compresión a diferentes profundidades en Ti-6Al-4V tratadas mediante chorro de agua con y si tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) TW1 y (b) TW6.

3.6 RESULTADOS DE TRABAJADO EN FRÍO EN ACERO INOXIDABLE 316 LVM Y Ti-6Al-4V TRATADAS CON CHORRO DE AGUA Y LÁSER

Los resultados de trabajado en frío en muestras de acero inoxidable 316 LVM de las figs. 63 y 64 demuestran que en ambos tratamientos superficiales láser y chorro de agua se obtienen diferentes grados de trabajado en frío por la variación de los parámetros en ambos procesos. En cada muestra se aplicó tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total, con la finalidad de obtener perfiles de trabajado en frío y de esfuerzos residuales.

Las muestras tratadas con láser de la fig. 63 muestran que la mayor cantidad de trabajado en frío se localiza en las capas cercanas a la superficie como se denota con la serie de datos de la línea roja. La serie de datos de las líneas verde y azul muestran una disminución en el trabajado en frío desde valores cercanos a la superficie y hasta 4 mm de profundidad donde intersectan a un valor semejante a 0.8 grados (FWHM). Esto significa que la cantidad de esfuerzos residuales causados por el tratamiento superficial láser disminuye gradualmente por el efecto del tratamiento térmico y los resultados son corroborados con las técnicas de PTE de contacto y no contacto.

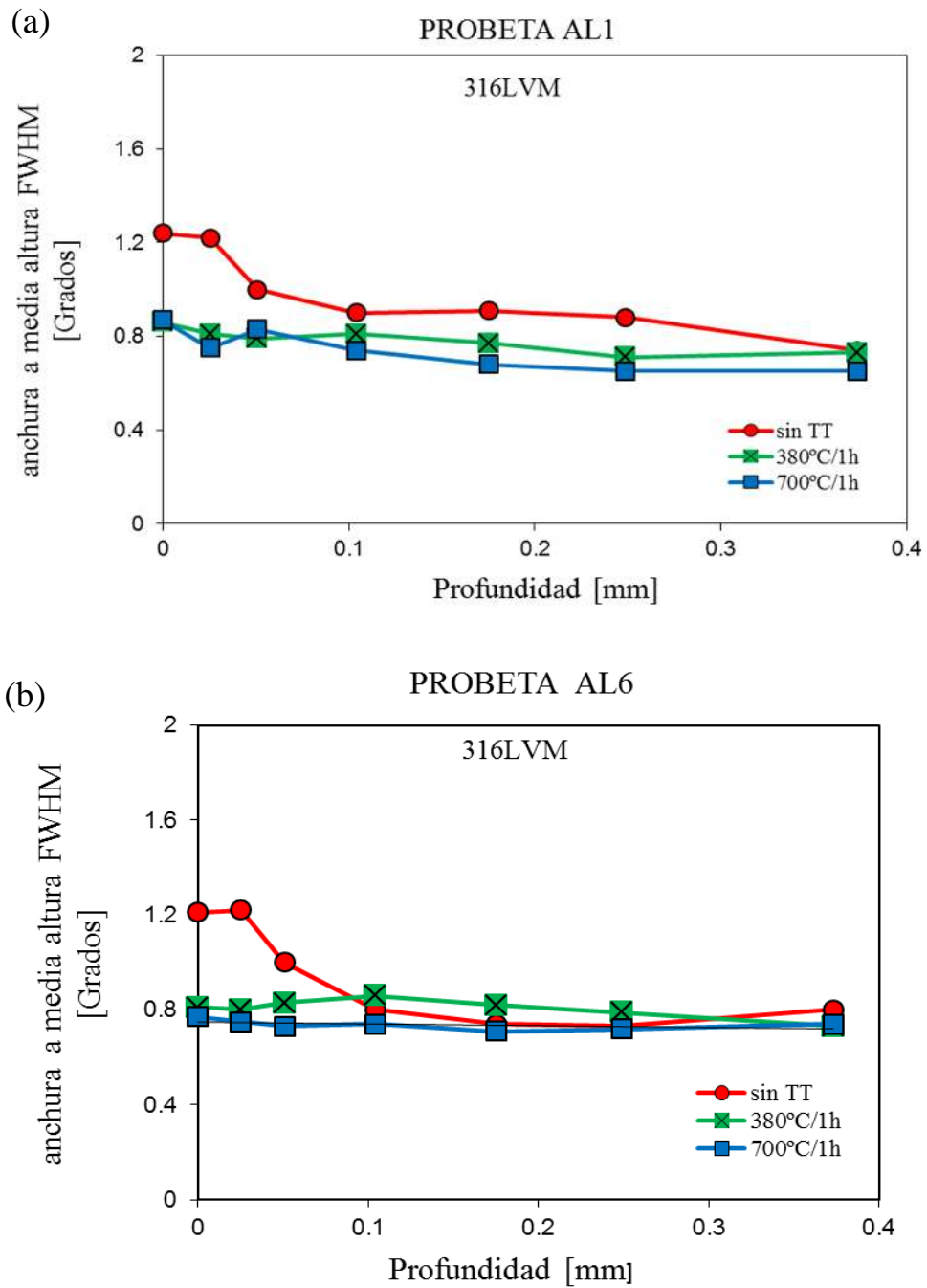


Figura 63.- Perfil de trabajado en frío (FWHM) a diferentes profundidades en acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante láser con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) AL1 y (b) TL6.

La fig. 64 muestra los perfiles de trabajado en frío de dos muestras de acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante chorro de agua, en las imágenes se observa mayor cantidad de trabajado en frío en las capas cercanas a la superficie debido a que es donde se impacta directamente las muestras

con el chorro de agua, y por lo tanto donde se presenta mayor deformación creando rugosidad sobre la superficie e incrementando la cantidad de esfuerzos residuales en el material. Este resultado es producto de la deformación causada por el chorro de agua en la superficie y subsuperficie, refinando el tamaño de grano a unas cuantas micras de la superficie y creando esfuerzos residuales de compresión dentro de la estructura cristalina.

La mayor cantidad de trabajado en frío se localiza en las capas muy cercanas a la superficie como se demuestra en la gráfica de las figs. 64 y 65. Mediante tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total se puede apreciar una disminución gradual de los esfuerzos residuales y trabajado en frío en el acero inoxidable 316 LVM. La serie de datos de la fig. 64a con línea roja (círculos) representa los valores de trabajado en frío de la probeta AW1 sin tratamiento térmico, mediciones a través de diferentes profundidades muestran el decremento en la anchura del pico de difracción debido al alcance en la deformación con el chorro de agua. La serie de datos de la fig. 64a con línea verde (cuadros x) corresponde a un tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial a 595 °C, se observa menor grado de trabajado en frío a medida que las mediciones se hacen a mayor profundidad. Por otro lado, la línea azul (cuadros) de la fig. 64a representa los resultados de trabajado en frío con un tratamiento térmico a 710 °C de la probeta AW1 con lo cual se puede considerar un relajamiento en la estructura cristalina en este acero y por lo tanto una disminución con los esfuerzos residuales.

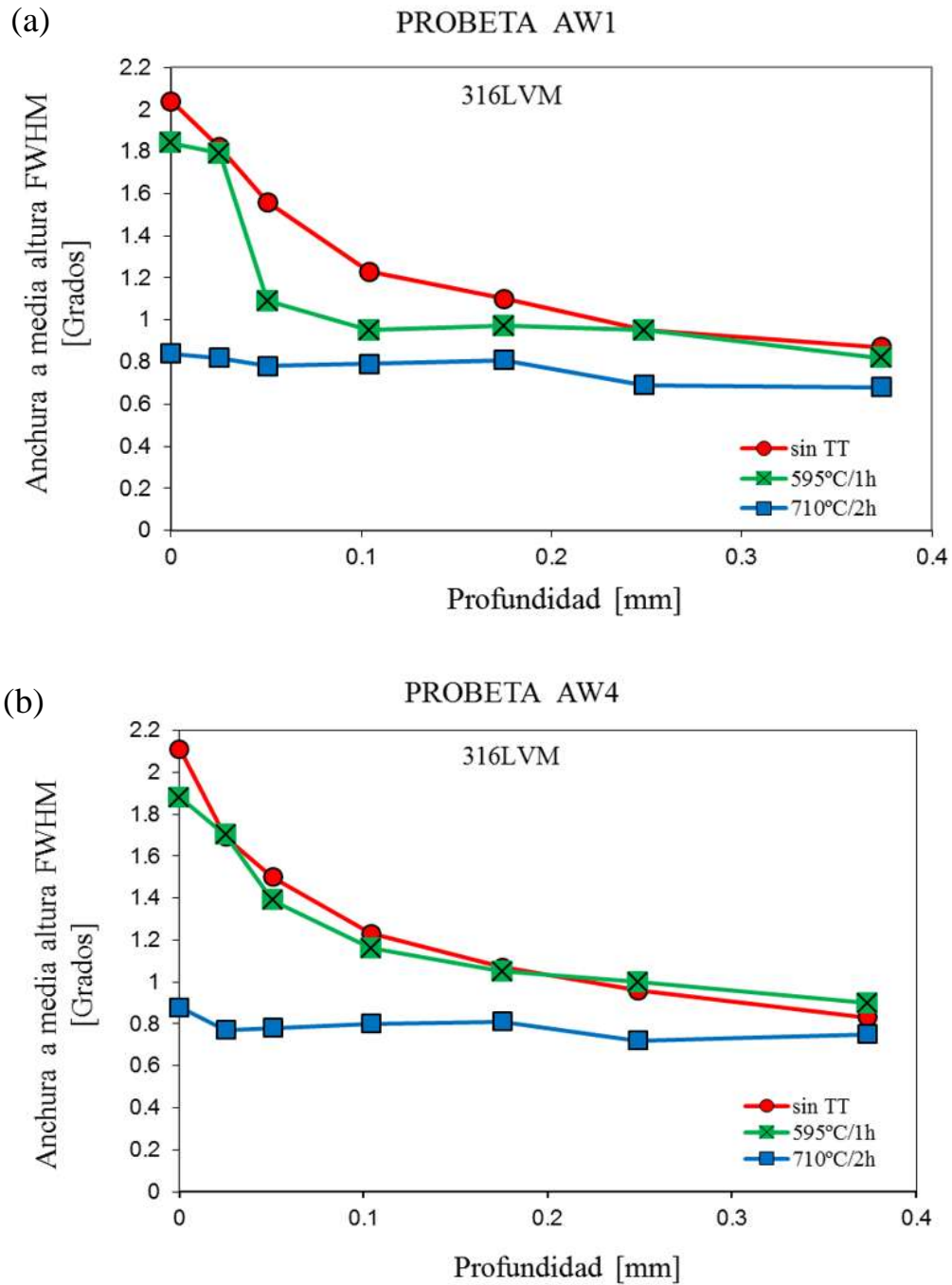


Figura 64.- Perfil de trabajado en frío (FWHM) a diferentes profundidades en acero inoxidable 316 LVM tratadas mediante chorro de agua con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) AW1 y (b) AW4.

Además se presentan los resultados de las probetas de la aleación de Ti-6Al-4V (TL1 y TL6) con los gráficos de trabajado en frío de muestras tratadas mediante procesamiento láser variando

algunos de los parámetros, la fig. 65(a) muestra los resultados obtenidos de trabajado en frío con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total a 595 °C/1h y 710 °C/2h respectivamente.

La serie de datos de la línea roja muestra el perfil de la anchura media del pico de difracción de la muestra TL1, la mayor cantidad de trabajado en frío se encuentra localizada en la superficie y subsuperficie de la probeta esto como consecuencia del impacto directo sobre la superficie a consecuencia de la onda de choque del haz láser. La serie de datos con líneas verde y azul de la fig. 65(a) corresponde a dos tratamientos térmicos de relevado de esfuerzos, en la superficie y subsuperficie se encuentran aún persistentes algunos de los efectos de trabajado en frío. Sin embargo, a medida que las mediciones se realizaron a mayores profundidades la relación de trabajado en frío con respecto a la profundidad decrece. La fig. 65(b) corresponde a los perfiles de trabajado en frío de la muestra TL6, de igual manera se observa cómo decrece el valor del ancho del pico de difracción con respecto al tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total.

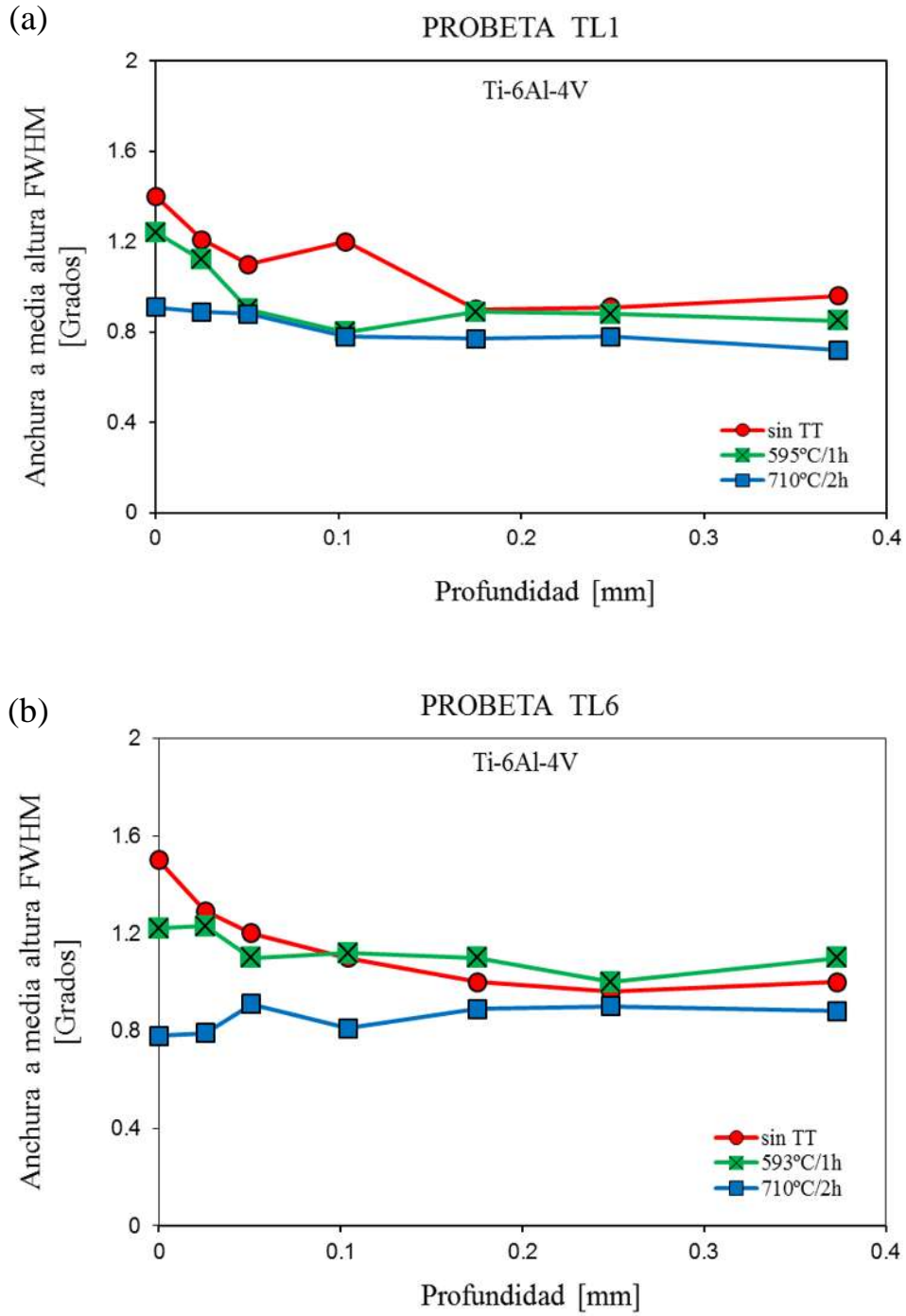


Figura 65.- Perfil de trabajado en frío (FWHM) a diferentes profundidades en Ti-6Al-4V tratadas mediante láser con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) TL1 y (b) TL6.

La fig. 66 muestra los perfiles de trabajado en frío de las muestras TW1 y TW6, la anchura del pico de difracción de la serie de datos de la línea azul (fig. 66a) representa los valores de la

muestra tratada con chorro de agua sin tratamiento térmico y se puede ver que la mayor cantidad de trabajado en frío se localiza exactamente sobre la superficie y subsuperficie. La serie de datos de la línea verde y roja corresponden a los tratamientos de relevado de esfuerzos parcial y total respectivamente; tal como se observa mediante los tratamientos térmicos la relación del tamaño y anchura del pico de difracción decrece. Por lo tanto, la densidad de esfuerzos residuales y trabajado en frío disminuye gradualmente en relación con el tratamiento térmico.

La fig. 66(b) corresponde a los perfiles de trabajado en frío de la probeta TW6 con y sin tratamiento térmico. La serie de datos de la línea azul corresponde a los valores encontrados desde la superficie hasta 4 mm de profundidad en la probeta TW6, en la superficie y parte de la subsuperficie se encuentran localizados la mayor cantidad de deformación y por lo tanto la mayor cantidad de esfuerzos residuales y trabajado en frío. La serie de datos de la línea verde y roja corresponden a los resultados obtenidos con la probeta TW6 con tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total, en la gráfica se puede notar una disminución en los valores en el ancho del pico de difracción producto del relajamiento microestructural en la aleación de titanio de la probeta TW6. El relajamiento a través del tratamiento térmico permite el crecimiento de grano y una disminución en la densidad de esfuerzos residuales y trabajado en frío en el material y de esta manera el pico de difracción cambiará como se muestra en los gráficos.

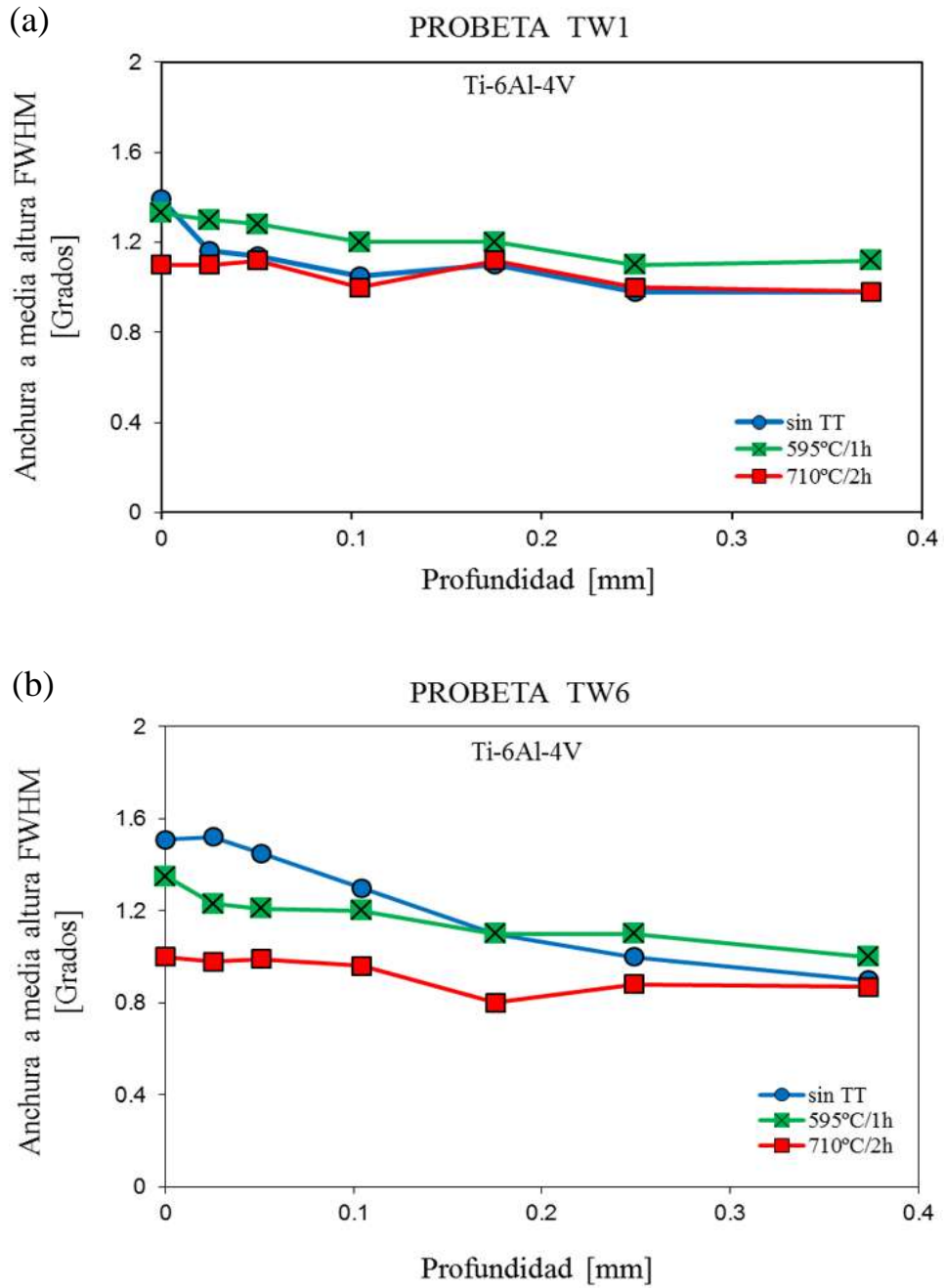


Figura 66.- Perfil de trabajado en frío (FWHM) a diferentes profundidades en Ti-6Al-4V tratadas mediante chorro de agua con y sin tratamiento térmico de relevado de esfuerzos parcial y total en muestras: (a) TW1 y (b) TW6.

CAPITULO IV: CONCLUSIONES

- Los resultados de este trabajo avalan la utilidad de las técnicas termoeléctricas basadas en el efecto “Seebeck” para la evaluación de los cambios microestructurales inducidos en la zona subsuperficial durante los procesos de chorro con agua y láser en las probetas de la aleación Ti-6Al-4V y acero inoxidable 316LVM empleados comúnmente como biomateriales metálicos.
- La técnica termoeléctrica de no contacto es particularmente sensitiva a los esfuerzos residuales inducidos por los procesos de chorro con agua y láser. Sin embargo, se puede notar el efecto de la anisotropía intrínseca y morfológica que presenta la aleación de Ti-6Al-4V durante las mediciones de la densidad de flujo magnético.
- Por otro lado la técnica termoeléctrica de contacto es sensible al trabajado en frío y otros cambios micro estructurales tales como: refinamiento de grano, cambios de fase etc. lo cual se pudo observar debido a la relación existe entre las mediciones del potencial termoeléctrico absoluto y el tipo de procesado empleado: láser y chorro de agua.
- Además, se relacionaron los resultados obtenidos por difracción de Rayos X en la medición de esfuerzos residuales con las mediciones del potencial termoeléctrico y densidad de flujo magnético al compararse con los valores en los gráficos obtenidos, ya que la estructura cristalina se modificó debido a los tratamientos superficiales creando mayor cantidad de esfuerzos y refinamiento de grano. Con el tratamiento térmico de relevado de esfuerzos se corroboró la dependencia que tienen las mediciones de PTE de contacto y no contacto con respecto al ordenamiento en la estructura cristalina de la aleación Ti-6Al-4V y acero inoxidable 316LVM de la aleación Ti-6Al-4V.

TRABAJO PROPUESTO PARA EL FUTURO

- Realizar un modelo para comparar los resultados obtenidos de PTE de contacto y no contacto con los resultados obtenidos de esfuerzos residuales de compresión y trabajado en frío mediante la técnica de difracción de rayos X para predecir los posibles efectos de deformación en un material.
- Utilizar otras técnicas de ensayos no destructivos como ultrasonido, corrientes Eddy, para relacionar y comparar los resultados con PTE.
- Estudio más detallado con respecto a la microestructura en las dos aleaciones.
- Utilizar el método de hole drilling y/o difracción de neutrones Sincrotrón para evaluar y comparar los resultados encontrados mediante PTE de contacto y no contacto.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. C. N. Elias, J. H. C. Lima. (2007). *Biomedical Applications of Titanium and its Alloys*. Biomedical Materials Science. Immediate Loading and Metal Ion Release. Acta Biomaterialia, 3 (3) págs. 331-339.
2. B. F. Donkerwolke M. Moulart, V. Schuylenbergh. (2000). *Concept, design and fabrication of smart orthopedic implants*. Med. Eng & Physics (22), 469-479.
3. C. B. Johansson. (1998). *Quantitative Comparison of Machined Commercially Pure Ti and Ti-6Al-4V*. J. Oral Maxillofac. Implants, 13.
4. B. Theodore, L. Bursten. (2004). *Química, la ciencia central*. Págs (463-465). Edit. Person.
5. B. D. Ratner. (1996). *Biomaterials science: an introduction to materials in medicine*. San Diego: Academic Press.
6. J. B. Park. (1984). *Biomaterials science and engineering*. New York: Plenum Press.
7. R. A. Lula, G. P. James. (1986). *Stainless Steel*. American Society for metals.
8. D. Pecker, I. M. Bernstein. (1977). *Handbook of Stainless Steels*. McGraw-Hill Inc.
9. J. Beddoes, J. G. Parr. (1999). *Introduction to Stainless Steels*. 3rd edition. ASM International, Materials Park. OH, USA.
10. K. H. Lo, C. H. Shek, J. K. L. Lai. (2009). *Recent developments in Stainless Steels*. Materials Science and Engineering. págs. 39-104.
11. P. Mangonon. (2001). *Ciencia de materiales, Selección y Diseño*. Págs. 502-537. Editorial Pearson. 1ª edición.
12. S. Volker. (2006) *Modern Mechanical Surface Treatment: states, stability, effects*. Wiley.
13. K. Schmid, R. Steven. (2004). *Manufactura, ingeniería y tecnología*. Prentice-Hall. Pags (148-155).
14. H. Sibium, D. Titan. (2001). *Titanium and Titanium Alloys, from raw material to semi-finished products*. Materials Science and Engineering.
15. M. Peters, J. Hemptenmacher. (2004). *Structure and Properties of Titanium and Titanium Alloys*. DLR – German Aerospace Center, Cologne, Germany Airbus Industrie, Blagnac, France.
16. M. Peters, H. Hemptenmacher, J. Kumpfert, C. Leyens. (2003). *Titanium and Titanium Alloys*, Wiley-VCH. págs. 1–57.
17. G. Lutjering, J. C. Williams, A. Gysler. *Microstructure and mechanical properties of titanium alloys*. (1998). General Electric Aircraft Engines, Cincinnati, OH, USA. Technical University Hamburg-Hamburg, Hamburg, Germany.
18. S. Abkowitz. (2000). *The Emergence of the Titanium Industry and the Development of the Ti-6Al-4V Alloy*, TMS, Warrendale, PA, USA.
19. T. Roland, D. Retraint, K. Lu, J. Lu. (2006). *Fatigue life improvement through surface nanostructuring of stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment*. Scripta Materialia 54.
20. T. Wang, J. Yu, B. Dong. (2006) *Surface and Coatings Technology 200* . Scripta Materialia. Elsevier 4777.
21. B. Yu, E. M. Davis, R. S. Hodges, R. T. Irvin, D. Y. Li. (2008). *Nanotechnology* 19.
22. K. Ding, L. Ye. (2006). *Laser Shock Peening*. Woodhead Publishing Limited.

23. P. Peyre, R. Fabro. (1994). *Laser shock processing: a review of the physics and applications*. Laboratoire d'Application des Lasers de Puissance, Arcueil Cedex.
24. R. Fabbro, J. Fournier, P. Ballard, P. Devaux and J. Virmont, *j. appl. phys.* 68 (1990) 775.
25. N. Rajesh, B. Ramesh. (2001). *Water Jet Peening, A new surface treatment process*. Interbational Conference on Shot Peenin and Blast Cleaning.
26. Tondhoff, H. K., Kroos F. (1995). *Water Peening- And advanced application of water jet technology*, 8a American Water Jet Conference, paper 33, págs. 473-486.
27. T. J. Seebeck, *Abhandlungen der Preussischen Akad, Wissenschaften*, 265 (1822).
28. D. K. C. MacDonald. (2004). *Thermoelectricity, an introduction to the principles*. Edit. Dover, pag. 4-15.
29. J. M. Ziman. (1964). *Principles of the theory of solids*. Cambridge University Press.
30. H.B. Callen. (1985). *Thermodynamics and an introduction to thermostatistics*. Wissenschaften, John Wiley & sons, Second Edition.
31. N. Mingolo, M. Ortiz. (2000). *Caracterización de recubrimientos y superficies por difracción de rayos-X*. Tercer curso Latinoamericano de procesamiento de materiales por plasma. CNEA, JICA. pp. 251-260. Buenos Aires, Argentina.
32. O. Kraft, G. Huajian. (2005). *Chapter 8. Diffusion processes in advanced technological Materials*". Willian Andrew, Inc.
33. K. Vijayan, A. Mani, C. Balasingh, (1988). *X-Ray Diffraction Study of Microstructural Changes During Fatigue*. 9th international pipeline conference. Mater. Sci. 10 (3) 205–21.
34. J. Henry, E.B., Stuart, C. M. (1995). *Nondestructive Testing Handbook*, edited by P. McIntire. págs. 363-376.
35. E. Caballero, F. G. García, A. Capdevila. (2005). *Scripta Materialia*. 52 501-505.
36. H. Carreon H. Nagy P. B., M. P. Blodgett. (2002) *Res Nondestructive Evaluation* 14. págs.59-80.
37. M. Multigner, P. Fernández-Castrillo, S.Ferreira-Barragán. (2009). *Rev. Metal.* 45, 52.
38. M. Multigner, S. Ferreira, E. Frutos, M. Jaafar, J. Ibáñez, P. Marín, T. Pérez- Prado, G. González-Doncel, A. Asenjo and J.L. González-Carrasco. (2002). *Surface Coating Technology*. 205, 1830.
39. R. K. Nalla, I. Altenberger. U. Noster. (2003). *On the influence of mechanical surface treatments- deep rolling and laser shock peening- on the fatigue bahvior of Ti-6Al-4V at ambiente and elevated temperatures*. Materials Science and Engineering A355.
40. H. Carreon, S. Barriuso, G. Barrera, J. L. González, F. G. Caballero. (2012). *Surface & Coating Technology*. 206/11-12:2942-2947.
41. W.G. Jenks, S.H. Sadeghi, J.P. Winksw. (1997). *SQUIDs for nondestructive evaluation*. J. Phys, D: Appl. Phys. págs. 293-323.
42. H. Nayfeh, H. Carreón, and Peter B. Nagy. (2002). *Role of Anisotropy in Noncontacting Thermoelectric Materials Characterization*. 91. págs. 225-231.
43. A.C. Bruno, C.F. Barbosa, L.F. Scavarda. (1996) *.Electric current injection NDE using a SQUID magnetometer*", *Res Nondestr Eval*, 8. págs. 165-175.
44. Y. Sheiretov. (2001). *Deep Penetration Magnetoquasistatic Sensors*. Tesis Doctoral: Massasuchetts Institute of Tecnology. págs.113-143.
45. Zu-Cheng Gao, R. Doncaster. (1987). *Fluxgate Sensor Theory: Sensitivity and Phase Plane analysis*", *IEEE transactions on geosciences and remote sensing*, 6. págs. 862-870.

46. E. Rodríguez, R. Godínez, R. Barrales, E. Vázquez. (2005). *Sensores de campo magnético débil y su aplicación en magnetocardiografía*”, Revista Mexicana de Ingeniería Biomédica. págs. 37-43.