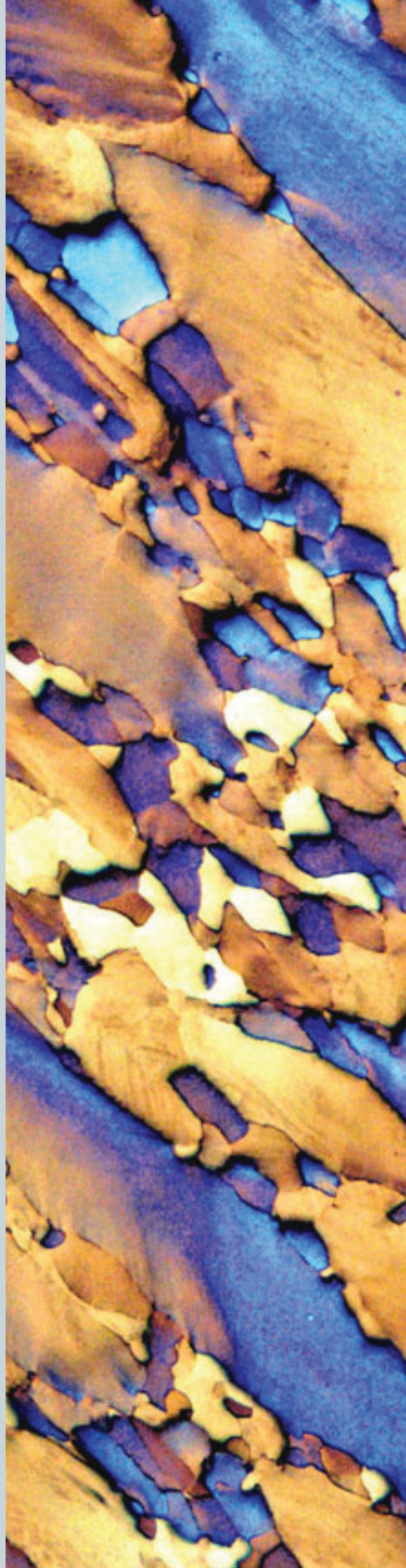


//////////

TITANIO

Conocimientos
metalográficos comprobados

NOTAS DE APLICACIÓN





PREPARACIÓN METALGRÁFICA DEL TITANIO

El titanio es un metal relativamente nuevo y caro de producir, pero sus excelentes propiedades de alta resistencia en relación al índice de peso y su excelente resistencia a la corrosión y resistencia al calor han convertido al titanio y sus aleaciones en materiales de ingeniería bien establecidos.

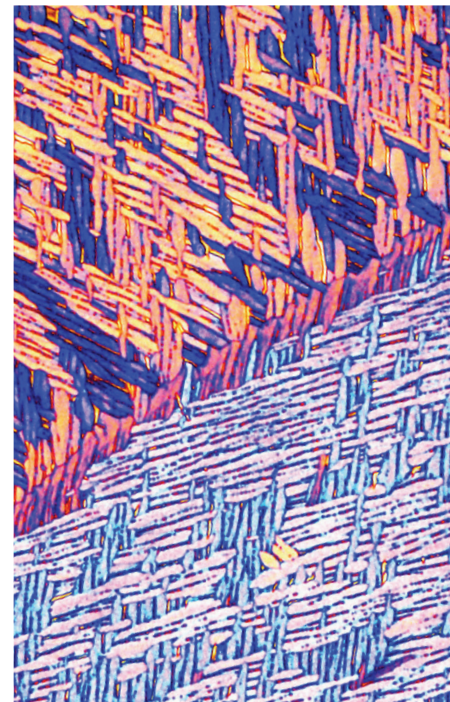
El titanio es excepcionalmente resistente a la corrosión por una amplia gama de productos químicos. Su elevada afinidad con el oxígeno resulta en una capa de óxido fina, más densa, estable y autoregenerable, lo que proporciona una barrera eficaz contra la corrosión. Además de ello, su elevado índice de resistencia con relación al peso, manteniendo la temperatura elevada, hacen que el titanio y sus aleaciones sean muy interesantes para muchas aplicaciones críticas.

El titanio y sus aleaciones son ampliamente utilizados en la industria aeroespacial y en las aeronaves, en la industria química y en el sector sanitario, donde

es esencial tener un alto nivel de seguridad. Consecuentemente, el control de calidad de la producción y del procesamiento de titanio es extremadamente importante.

Es por eso que la metalografía del titanio es una parte integrante del control de calidad del titanio: desde la monitorización de la producción inicial, hasta las verificaciones de porosidad de las piezas fundidas y el control de los procesos del tratamiento térmico. Además de ello, la metalografía desempeña un papel fundamental en la investigación y el desarrollo de productos y aleaciones de titanio.

El titanio es un metal muy dúctil y propenso a la deformación mecánica. Para los procesos abrasivos en el corte metalográfico, esmerilado y pulido, este aspecto debe tenerse en cuenta.



La estructura martensítica en la zona afectada por el calor en una soldadura de tubo. Ataque: Reactivo de Weck, 1000 x

Dificultades durante la preparación metalográfica

Corte: el titanio puede sobrecalentarse muy fácilmente y pueden formarse grandes virutas durante el corte:

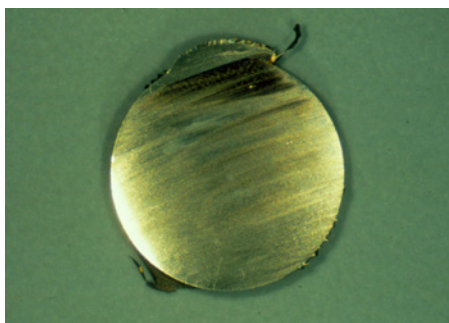


Fig. 1

Esmerilado y pulido: debido a su ductilidad, el titanio tiende a la deformación mecánica y el rayado:

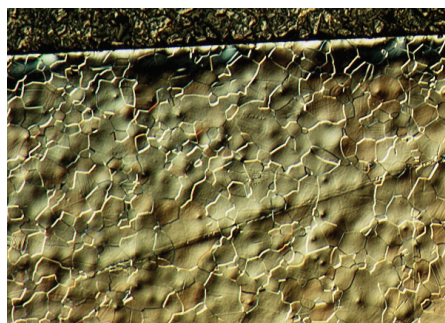


Fig. 2

DIC, 50 x



SOLUCIÓN

- ✓ Disco de corte especial para el titanio
- ✓ Pulido químico-mecánico
- ✓ Pulido electrolítico

PRODUCCIÓN Y APLICACIONES DE TITANIO

La producción de titanio es un proceso de tres pasos:

1. El primer paso es la fabricación de una esponja de titanio e implica la cloración de rutilo (TiO_2). Cloro gaseoso y coque se combinan con el rutilo y reaccionan para formar tetracloruro de titanio. Seguidamente, este se purifica mediante destilación y luego se reduce con magnesio para la esponja de titanio y cloruro de magnesio.

2. A continuación, esta esponja de titanio se tritura hasta convertirse en un polvo granulado, mezclado con chatarra metálica y/o metales de la aleación, tales como vanadio, aluminio, molibdeno, estaño y circonio, y se funde en un horno de reducción de arco al vacío para producir lingotes de titanio.

3. Estos lingotes, del primer material fundido, se utilizan entonces en una segunda fundición como electrodos consumibles. Este proceso se llama «proceso de doble de fusión al vacío de electrodos consumibles». Para un titanio muy puro y limpio, con estructuras muy homogéneas, podría realizarse una tercera fusión adicional.

En una primera etapa de fabricación, los lingotes fundidos, cilíndricos de 15 toneladas métricas, o cuadrados de 10

toneladas métricas, se forjan en caliente en productos generales de molino, como lingotes, chapas, barras y placas menores. Como los lingotes fundidos pueden tener una microestructura gruesa inherente, lo que los hace sensibles a las fisuras, se efectúa un control minucioso del proceso y de la temperatura durante la operación de forjado.

Los productos acabados consisten en piezas forjadas para aplicaciones aeroespaciales, así como chapas, barras u otras materias primas para el procesamiento adicional en barras, varillas, cables, chapas o placas. La figura 3 muestra un defecto en una barra de titanio laminada, el óxido gris se ha laminado en la superficie.

La fabricación secundaria para la producción de piezas originadas a partir de productos de laminación incluye procesos de fabricación tales como el forjado, la extrusión, el moldeo en caliente y en frío, etc. El modelo en caliente de titanio no es tan solo un procedimiento de conformación, sino un método para producir y controlar la microestructura.

La alta resistencia y la baja densidad del titanio lo convierten en un material crucial en la industria aeroespacial. Sus aplicaciones principales de motores de turbina de gas incluyen anillos de

compresión, discos y cajas separadoras, conductos y protecciones. En los armazones estructurales del avión, las aleaciones de titanio se utilizan en los trenes de aterrizaje, en el montaje del motor y las piezas del mecanismo de control, chapas y fijadores para la construcción del cuerpo externo.

La elevada resistencia a la corrosión y la biocompatibilidad del titanio lo convierten en un material ideal para la industria química, el sector sanitario y de la alimentación, y para la investigación y el desarrollo marítimo. Con su película de óxido pasivo, posee una alta resistencia a la corrosión contra soluciones salinas, soluciones e ácido nítrico, el agua del mar, fluidos corporales, jugos de frutas y de vegetales. Los productos típicos son los recipientes reactores, intercambiadores de calor, válvulas y bombas, prótesis, tales como implantes, huesos artificiales, piezas de válvulas y bombas cardíacas artificiales.

La aleación más utilizada para estos productos es la Ti-6Al-4V.

Su peso leve, combinado con un proyecto estético, la convirtió en la aleación favorita para bienes de consumo de la alta sociedad, tales como joyas, tacos de golf, gafas, bicicletas y relojes, y en la arquitectura se utiliza en fachadas decorativas (Fig. 4)

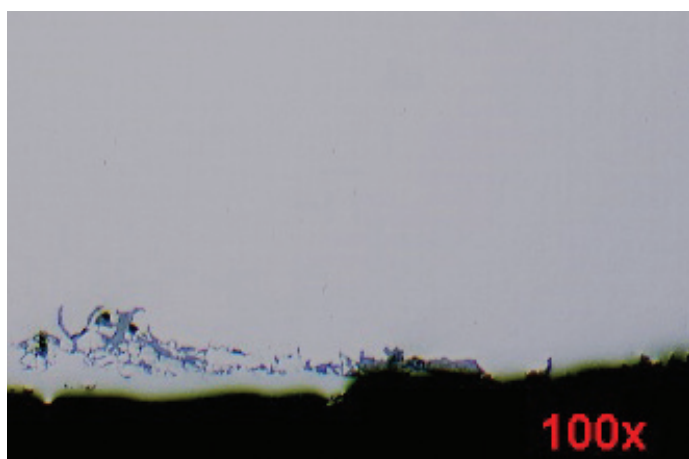


Fig. 3: Óxido gris laminado en la superficie de la barra.



Fig. 4: Entrada al Experience Music Project, en Seattle.

DIFICULTADES EN LA PREPARACIÓN DEL TITANIO



Corte



Embutición



Esmerilado y pulido

El problema principal de la preparación del titanio para la observación microscópica es su alta ductilidad, una característica que hace que el titanio sea difícil de cortar, esmerilar y pulir. En las recomendaciones a seguir, se facilitan consejos específicos sobre cómo superar este comportamiento típico del titanio.

Recomendaciones para la preparación del titanio y sus aleaciones

Corte: Debido a su alta ductilidad, el titanio produce virutas largas durante el proceso de mecanizado o corte y, por ello, el corte metalográfico con discos de óxido de aluminio normales no es muy eficaz. Se pueden producir fácilmente daños causados por el calor (véase la Fig. 1) y, por lo tanto, lo más conveniente es utilizar los discos de corte especiales de carburo de silicio que han sido desarrollados específicamente para el corte de titanio (por ejemplo, 20S30 y 20S35).

Al cortar titanio también se desprende un olor característico, que puede ser bastante fuerte si se cortan muchas piezas a la vez o si estas son de gran tamaño. En ese caso, recomendamos conectar un extractor de humos a la máquina de corte.

Embutición: En los laboratorios de control de producción primarios, donde se analizan principalmente lingotes, bloques y placas, un gran número de muestras de titanio se procesan metalográficamente sin embutición. Sin embargo, las piezas de menor

tamaño fabricadas necesitan someterse a un proceso de embutición, como cableado o dispositivos de fijación, se recomienda la embutición en caliente con resina fenólica (MultiFast) o la embutición en frío con resina epoxi de curación lenta (EpoFix).

Esmerilado y pulido: Esmerilado y pulido: Debido a su ductilidad extrema, el titanio tiende a la deformación mecánica y al rayado, lo que exige un pulido químico-mecánico. El paso tres, el método automático descrito en la tabla 1, es un proceso comprobado que ofrece unos resultados reproducibles excelentes.

El primer paso es un esmerilado plano con un papel de carburo de silicio. El esmerilado plano va seguido de una etapa de desbaste fino en una superficie dura, como MD-Largo o MD-Plan. Como abrasivo, se utiliza una suspensión de diamante de 9 µm, DiaPro Allegro/Largo o DiaPro Plan.

En caso de titanio más duro, como al procesar las aleaciones α - β o β , el esmerilado plano con MD-Piano 120 o 220 puede ser más eficiente, especialmente cuando deben

Tabla 1 - Método de preparación

Desbaste

Desbaste				Pulido			
ETAPA		PG	FG	ETAPA		OP	
	Superficie	MD-Mezzo	MD-Largo		Superficie	MD-Chem	
	Abrasivo	Tipo	Diamante		Abrasivo	Tipo	Sílice coloidal
		Tamaño	#220			Tamaño	0,04 µm
	Suspensión/lubrificante	Agua	DiaPro Allegro/Largo 9		Suspensión/lubrificante	OP-S*	
	rpm	300	150		rpm	150	
	Fuerza [N]/muestra	40***	30		Fuerza [N]/muestra	30 por muestra	
	Tiempo (min.)	Hasta plano	5		Tiempo (min.)	5**	

La tabla 1 muestra un método de preparación automático y general de aleaciones de titanio de grado 5 o superior, muestras sin embutir, 30 mm de diámetro. Tenga en cuenta que el tiempo de pulido puede variar dependiendo de la pureza del titanio y del área de la superficie de la muestra. * Mezcla 90 % OP-S con 10-30 % H2O2 (30 %). ** El tiempo de pulido depende del área de la muestra. Las muestras de mayor tamaño requieren más tiempo de pulido que las pequeñas. *** Disminución a 25 N para evitar las formas de tubo en la preparación de muestras individuales embutidas.

Nota: en los últimos 20-30 segundos del paso de preparación con OP-S, el paño rotativo se debe humedecer con agua. Esto limpiará las muestras, el soporte y el paño.

DIFICULTADES EN LA PREPARACIÓN DEL TITANIO

prepararse muestras grandes sin embutir y en grandes cantidades.

El titanio puro siempre deber esmerilarse utilizando un papel de SiC para el esmerilado plano.

El tercer y último paso es un pulido químico-mecánico con una mezcla de sílice coloidal (OP-S) y peróxido de hidrógeno (30 %). La concentración puede variar entre 10-30 %.

A diferencia de algunas otras sílices coloidales, la OP-S fue desarrollada para acomodar añadidos químicos sin transformarse en una consistencia tipo gel y es, por lo tanto, adecuada para el pulido de titanio. Durante el pulido químico-mecánico, el producto de la reacción del peróxido de hidrógeno con titanio se elimina continuamente de la superficie de la muestra mediante una suspensión de sílice y así se evita que la superficie sufra una deformación mecánica. Las referencias en la literatura relevante también mencionan mezclas de ácido fluorhídrico y nítrico para el pulido químico-mecánico del titanio.

Estos reactivos pueden actuar más rápidamente, sin embargo, Struers no recomienda emplearlos para el pulido,

porque tienen un efecto más corrosivo que el peróxido de hidrógeno y, además, deben observarse las precauciones pertinentes al manipular estos ácidos durante el proceso de pulido. Al trabajar con peróxido de hidrógeno, se recomienda utilizar guantes de goma. Si no se utilizara este pulido químico-mecánico, la superficie de la muestra de titanio presentaría una apariencia muy agrietada y es prácticamente imposible alcanzar un buen pulido utilizando únicamente el diamante.

A diferencia del procedimiento habitual que utiliza diamantes cada vez más finos para el pulido, el pulido diamantado realmente crea, de forma continua, una deformación mecánica que deja arañazos y manchas en la superficie (ver Fig. 7).

Una vez introducida, esta capa de deformación es difícil de eliminar, incluso con una mezcla de sílice coloidal y de peróxido de hidrógeno. Por lo tanto, debe evitarse el pulido con diamante, especialmente con titanio comercialmente puro.

El tiempo de preparación depende del área de la muestra y de la aleación.

Cuanto mayor sea la muestra y la pureza del titanio, más extensa será la etapa final de pulido con óxido, que puede durar entre 10 y 45 minutos para el titanio comercialmente puro.

Una superficie de titanio debidamente pulida y no atacada se ve de color blanco cuando se examina con un microscopio óptico, por lo que el pulido debe continuar hasta que se alcance este estado en la superficie del titanio.

Debido al proceso de producción, el titanio y sus aleaciones son muy limpios, lo que significa que los pequeños puntos negros aparentes en una superficie pulida son restos de la deformación del esmerilado y no inclusiones, así como tampoco forman parte de la estructura.

Esta falsa indicación debe eliminarse con un pulido químico-mecánico adicional. Cuando la superficie esté suficientemente pulida, se podrá ver la estructura con una luz polarizada sin ataque químico (ver Fig. 8).

Nota: Al trabajar con sílice coloidal (OP-S), es importante humedecer un paño con agua antes de iniciar el pulido. Para limpiar las muestras, es esencial pulverizar el paño rotativo con agua



Fig. 7: Titanio después del pulido con diamante de 3 µm, la deformación y los arañazos no se eliminan.



Fig. 8: Corte transversal de la barra, titanio comercialmente puro, con pulido electrolítico, 100 x, luz polarizada.

DIFICULTADES EN LA PREPARACIÓN DEL TITANIO



Equipos de limpieza automática

durante unos 10-15 segundos antes de que la máquina se detenga. El agua limpia la OP-S de las muestras, el soporte y el paño. A continuación, las muestras se lavan de nuevo, una por una, con agua del grifo y, seguidamente, se secan con etanol y una fuerte corriente de aire. Si, después de la etapa de limpieza, se pudieran observar residuos de OP-S en la superficie de la muestra, esto significa que la limpieza no se ha efectuado correctamente y deberá repetirse. Un método de limpieza eficiente y fácil de repetir puede realizarse automáticamente a través de un equipo como Lavamin.

Como una alternativa para el pulido mecánico, el pulido electrolítico puede recomendarse cuando sea necesario alcanzar resultados rápidos. Los métodos de pulido electrolítico son particularmente apropiados por las siguientes razones: la velocidad de los resultados, la facilidad de la operación y su reproducibilidad. Además de ello, el pulido electrolítico no ocasiona deformación mecánica en la superficie de la muestra. Esto puede ser especialmente relevante para aplicaciones

de investigación. Las aleaciones α , que poseen una estructura homogénea, son particularmente adecuadas para el pulido electrolítico, pero también las aleaciones α - β pueden pulirse electrolíticamente.

El procedimiento de pulido electrolítico exige una superficie fina de hasta 1200 granos o más fina. La tabla 2 muestra un

procedimiento general para el titanio y aleaciones de titanio. Después del pulido electrolítico, la muestra pulida se examina bajo la luz polarizada o se ataca químicamente (para ataques, véase «Ataque e interpretación»).



Preparación electrolítica - LectorPol-5 de Struers

Tabla 2 - Método de preparación

Desbaste

ETAPA	PG	FG	OP
Superficie	SiC Foil #320	MD-Largo	MD-Chem
	Tipo	Diamante	Sílice coloidal
	Tamaño	#320	9 μ m
	Suspensión/lubrificante	DiaPro Allegro/Largo 9	OP-S*
	rpm	300	150
	Fuerza [N]/muestra	15	20
	Tiempo (min.)	Hasta plano	5
			25 (o más largo)

La tabla 2 muestra un método de preparación general y automático para titanio puro con 6 muestras sin embutir de 30 mm de diámetro fijas en un soporte de muestra.

* 80 % OP-S + 10 % H_2O_2 (30 %) + 10 % NH_4OH (25 %)

Tabla 3 - Pulido electrolítico

Equipamiento:	LectorPol-5
Electrolito:	A3
Tamaño de la máscara	1 cm ²
Temperatura:	Temperatura de la sala 18-20 °C
Caudal:	10-15
Voltaje:	35-45 V
Tiempo:	20-30 s.

La tabla 3 muestra un método general y automático para el titanio puro con 6 muestras sin embutir de 30 mm de diámetro fijas en una soporte de muestras.

ATAQUE E INTERPRETACIÓN

Como se ha mencionado anteriormente, la superficie de una muestra de titanio bien pulida puede observarse bien sin ataque con la luz polarizada. El contraste con esta iluminación no es siempre evidente pero es ideal para una verificación general que ayude a determinar si el pulido es suficiente.

El ataque químico más común para el titanio es un ataque de Kroll:

- 100 ml de agua
- 1-3 ml de ácido fluorhídrico
- 2-6 ml de ácido nítrico

La concentración puede variar dependiendo de la aleación y puede ajustarse de forma individual. El reactivo colorea la fase β de marrón oscuro. El titanio puede pasar por un ataque en color con un reactivo de Weck:

- 100 ml de agua
- 5 g de bifloruro de amonio

Metalurgia y microestructuras

El titanio y sus aleaciones se dividen en cuatro grupos: titanio comercialmente puro; aleaciones α y casi- α , como Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo, aleaciones α - β , de las cuales la Ti-6Al-4V es la más conocida, y aleaciones β , que poseen un contenido elevado de vanadio, cromo y molibdeno.

El titanio experimenta una transformación alotrópica, a partir de una estruc-

tura hexagonal y una temperatura baja pasando de una estructura hexagonal compacta a temperatura baja (α) a una fase cúbica centrada en el cuerpo (β), a una temperatura de 882 °C.

Esta transformación permite aleaciones con microestructuras, α , β , o α/β , una mezcla de ambas, y la posibilidad de utilizar el tratamiento térmico y el tratamiento termomecánico.

Consecuentemente, puede obtenerse una amplia gama de propiedades a partir de un número relativamente pequeño de composiciones de aleaciones. Para asegurar la combinación deseada de microestructura y propiedades, debe efectuarse un control próximo del proceso.

Consecuentemente, la metalografía tiene un papel importante a la hora de garantizar que los productos posean la microestructura correcta que, a su vez, refleje el grado adecuado de control en el proceso. Las relaciones entre el conformado en caliente, el tratamiento térmico, las propiedades físicas y de microestructura en la producción de titanio son muy complejas. A continuación se describen solo algunos ejemplos de los tipos más comunes de microestructuras de titanio.

La Fig. 9 muestra la estructura de granos de una pieza de titanio comercialmente puro que se deformó mecánicamente por el medio del doblado. Puede observarse visiblemente el maclado debido a la deformación mecánica.

La Fig. 10 muestra la estructura de una aleación α - β Ti-6Al-4V forjada de un implante ortopédico en posición retraída, ataque: reactivo de Kroll.

La Fig. 11 muestra una aleación α - β Ti-6Al-4V como una capa de superficie «capa α », blanca, frágil, ataque: reactivo de Weck. Aunque los procesos de conformación en caliente se realicen en una atmósfera controlada, el titanio puede absorber oxígeno desde temperatura más bajas, lo que resulta en una zona de superficie endurecida, la «capa α ». Esta es una capa mucho más frágil y solo puede eliminarse mecánicamente. (Nota: α -case no aparece con ataque de Kroll, sino con bifloruro).

La Fig. 12 muestra la estructura β de la sección longitudinal de una placa de aleación Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr. Se utiliza en la industria aeroespacial, debido a sus propiedades mecánicas superiores. Ataque: teñido por calor.

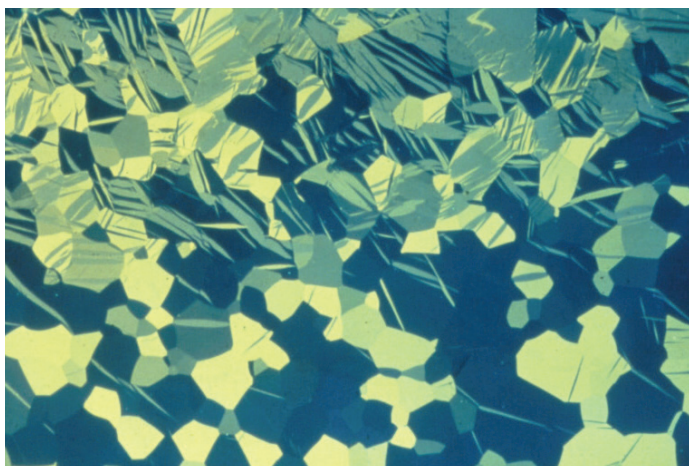


Fig. 9: Estructura de granos de un titanio comercialmente puro, luz polarizada, 100X.

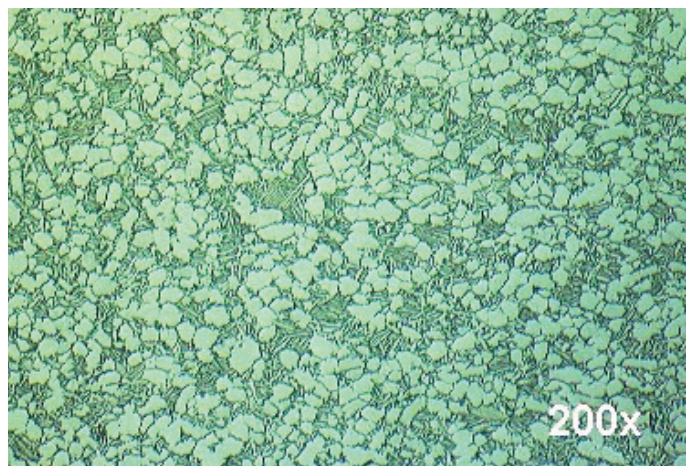


Fig.10: Estructura de la aleación forjada α - β Ti-6Al-4V, 400 x

RESUMEN

El titanio es un metal muy dúctil, de bajo peso y alta resistencia, con una excelente resistencia a la corrosión y biocompatibilidad. Su maleabilidad exige una preparación metalográfica específica, utilizando discos de corte especiales para un corte y un pulido químico-mecánico con una mezcla de peróxido de hidrógeno y sílice coloidal. Este método de pulido, realizado con un equipamiento automático, ofrece resultados consistentemente excelentes y reproducibles.

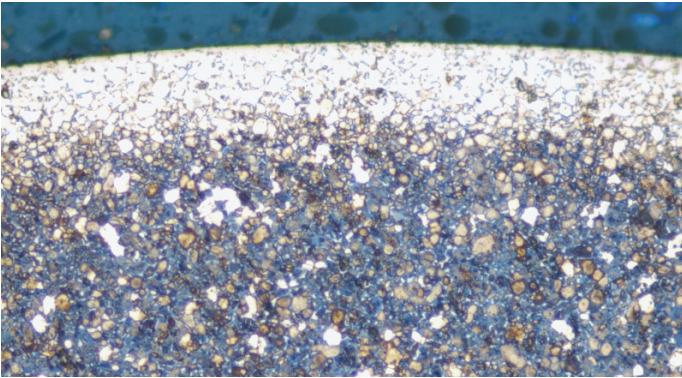


Fig.11: Aleación α-β Ti-6Al-4V con una capa superficial de fase α, 50X.

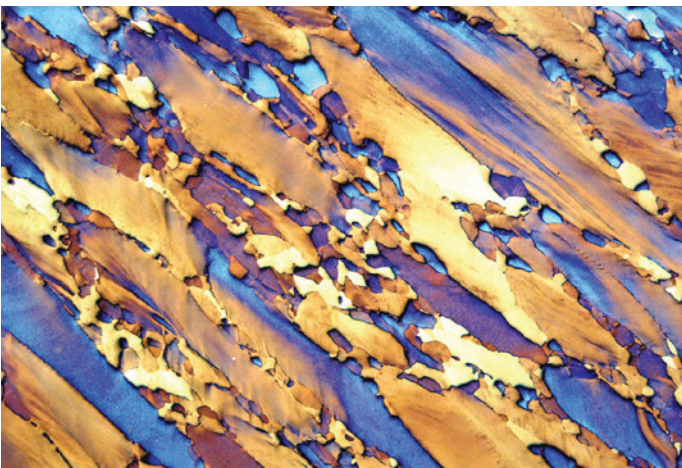


Fig.12: Aleación β Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr, teñida térmicamente, 50 x

NOTAS DE APLICACIÓN

Bill Taylor,
Struers Ltd, Glasgow

Elisabeth Weidmann,
Struers A/S, Copenhagen

Agradecimientos:

Nos gustaría expresar nuestro agradecimiento a la empresa Aesculap, Tuttlingen, Alemania, por el suministro de información sobre el titanio y la autorización para la reproducción de las figuras 5, 6 e 11.

Agradecemos a Wah Chang North, Albany, Oregon, EE. UU., por el suministro del material de la muestra y al Sr. Paul Danielson del Centro de Investigación de Albany, Albany, Oregon, EE. UU., por las micrografías en color de la primera página y en la Fig. 12.

Agradecemos a Lindberg, Aabyhoj, Dinamarca, por dejarnos reproducir la imagen de las gafas, modelo Air Titanium, y el Experience Music Project, Seattle, EUA, para la reproducción de la Fig. 4.

Bibliografía:

Metals Handbook, Desk edition, ASM, 1984



Detalles de un armazón de titanio para gafas. La alta resistencia y la maleabilidad del titanio hace que los tornillos y las soldaduras en ese armazón se queden obsoletos.