

Capítulo

4

Caracterización mecánica

4.1 INTRODUCCIÓN

Las propiedades mecánicas del titanio, y especialmente de la aleación Ti6Al4V, se ven modificadas por los tratamientos térmicos, así como por la composición y la textura del material tras el tratamiento. El tratamiento termoquímico de nitruración produce modificaciones en una zona superficial del material tratado, además de modificar la microestructura interna del material, tal y como se mostró en el capítulo anterior.

Las modificaciones producidas por el tratamiento de nitruración pueden, por tanto, dar lugar a variaciones en las propiedades mecánicas. Dado que el titanio no se usa en aplicaciones con requerimientos mecánicos importantes no se consideró necesario estudiar la variación de sus propiedades mecánicas debidas al proceso de nitruración. Por el contrario, dada la importancia de las propiedades mecánicas en el uso del Ti6Al4V para su uso en placas y prótesis articulares, se caracterizaron sus propiedades mecánicas mediante la comparación de las propiedades del material no tratado con el material nitrurado termoquímicamente.

4.1.1 Propiedades mecánicas a tracción

Las propiedades mecánicas del Ti6Al4V dependen entre otros factores del modo de obtención de las muestras. Las propiedades del material colado son inferiores que las del material forjado, lo que hace que el forjado sea

Tabla 4.1 Propiedades mecánicas mínimas del Ti6Al4V forjado para aplicaciones biomédicas.

	Resistencia a tracción [MPa]	Límite elástico [MPa]	Elongación [%]	Estricción [%]
Forjado				
ASTM F136	860	795	10	25
ASTM F1472	930	860	10	20–25
BS7252	860	780	10	25
ISO 5832-3	860	780	10	—
Colado				
ASTM F1108	860	758	8	14

el procedimiento más usado para piezas pequeñas, como las usadas en prótesis e implantes [Dea99]. Las propiedades requeridas por diversas normativas internacionales para su uso en elementos implantables se muestran en la tabla 4.1.

Además de verse influido por la forma de obtención de las muestras, el límite elástico y la resistencia a tracción del Ti6Al4V pueden verse modificadas en más de 200 MPa por el tratamiento térmico, como se muestra en la tabla 4.2, y hasta en 100 MPa por el contenido en intersticiales, tal y como se muestra en la figura 4.1.

A pesar de que el Ti6Al4V es usado principalmente con una microestructura *mill-annealed*, se puede observar en la tabla 4.2 que para determinadas aplicaciones puede ser interesante aplicar algún tipo de tratamiento térmico al material.

En el caso del titanio o del Ti6Al4V nitrurado, los primeros ensayos mostraron que las propiedades mecánicas de las aleaciones de titanio nitruradas mediante tratamiento termoquímico no presentaron variaciones apreciables respecto a las muestras no tratadas [Mit64]. Ensayos posteriores realizados a probetas de Ti6Al4V nitruradas mediante tratamiento termoquímico [She96] y mediante nitruración o plasma [Lan88] mostraron ligeras variaciones en la resistencia a tracción y el límite elástico, como se muestra en la tabla 4.3. Sin considerar el efecto del nitrógeno, el efecto del tratamiento térmico a partir de los datos de la tabla 4.2 sería una disminución del límite elástico comparado al del

Tabla 4.2 Propiedades a tracción del Ti6Al4V tras diversos tratamientos térmicos.

Tratamiento	Límite elástico [MPa]	Resistencia a tracción [MPa]	elongación [%]
recocido ^a	986	1.050	14
Widmanstätten ^a	860	992	6
850° C, 1h templada ^a	825	929	18
tratamiento disolución y envejecimiento ^b	1.103	1.172	10
845° C, 1h, enfr. horno ^b	897	959	20
845° C, 1h enfr. aire ^b	852	993	21

^a [Man97]

^b [Han94]

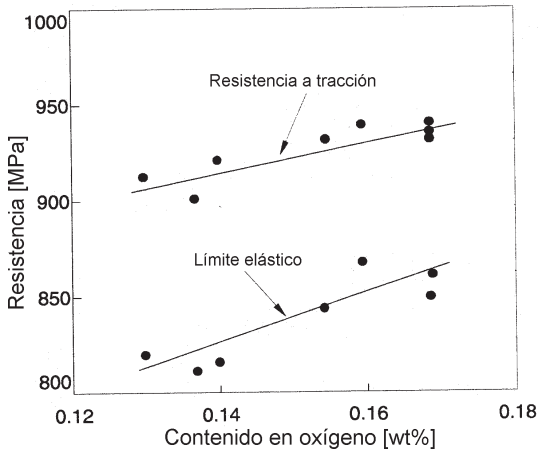


Figura 4.1 Variación de las propiedades a tracción del Ti6Al4V con el contenido en oxígeno [Han94].

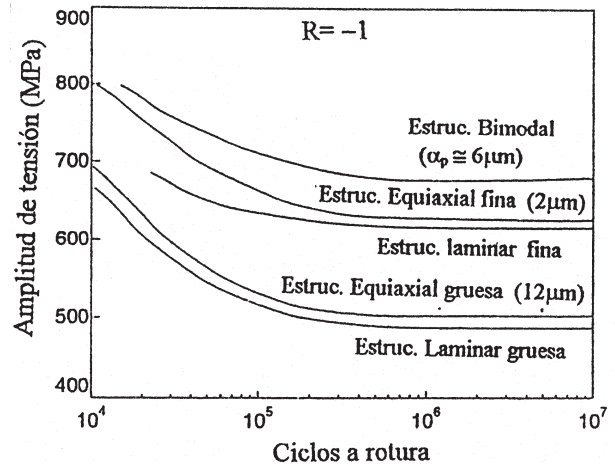


Figura 4.2 Efecto de la microestructura sobre la resistencia a fatiga en aire [Lüt85].

material sin tratar, un aumento de la elongación del material en deformación plástica y la mejora de la resistencia a fractura, lo que muestra el efecto que produce la nitruración en las propiedades mecánicas.

Los datos existentes muestran, por tanto, que sólo se producen pequeñas variaciones en las propiedades mecánicas a tracción cuando se comparan probetas nitruradas con probetas no tratadas. A fin de confirmar y complementar los datos mostrados, se optó por realizar un estudio complementario mediante ensayos de tracción, para confirmar los efectos reducidos que produce la nitruración en las propiedades mecánicas a tracción.

4.1.2 Comportamiento a fatiga

La vida a fatiga de un material metálico es muy difícil de prever, ya que el comportamiento a fatiga se ve influido por numerosas variables, como la textura del material, la preparación y acabado superficial, el tipo de microestructura, el tamaño de grano, e incluso las condiciones del ensayo.

Vida a fatiga

En el caso de la aleación Ti6Al4V, los principales parámetros que afectan a la vida a fatiga son:

- La microestructura. Ésta tiene un efecto evidente sobre el límite de fatiga. Tal y como se ve en la figura 4.2, la estructura equiaxial fina y la estructura laminar son las que presentan una mayor resistencia a fatiga. Por su parte, la disminución del tamaño de grano aumenta el límite elástico y reduce la longitud de deslizamiento, por lo que tiende a mejorar la resistencia a fatiga.
- La concentración de elementos intersticiales en el material. Su efecto se aprecia claramente en la figura 4.3, en la que se muestra la variación del límite a fatiga de la aleación Ti6Al4V, con diferentes límites elásticos a causa de la diferente concentración en intersticiales. Al aumentar la concentración en intersticiales, aumenta la resistencia al movimiento de las dislocaciones, y la aleación se deforma plásticamente con mayor dificultad, lo que dificulta la formación de microgrietas, incrementándose el límite a fatiga.
- La concentración de aluminio. Un aumento del contenido de aluminio disminuye la vida a fatiga del material al favorecer los deslizamientos planares, pero al mismo tiempo aumentan el límite elástico, ya que dificultan el movimiento de las dislocaciones, con lo que los dos efectos se contraponen[Man97].

Tabla 4.3 Propiedades a tracción del Ti6Al4V nitrurado.

	Límite elástico [MPa]	Resistencia a tracción [MPa]	Elongación [%]	Estricción [%]
[She96]				
no tratado	746	894	20	48
Nitrurado termoquímicamente (566° C, 8 h)	758	834	23	47
[Lan88]				
no tratado	809	894	20	—
annealed (850° C, 20 h)	815	924	21	—
nitrurado por plasma (850° C, 20 h, N ₂)	805	914	20	—

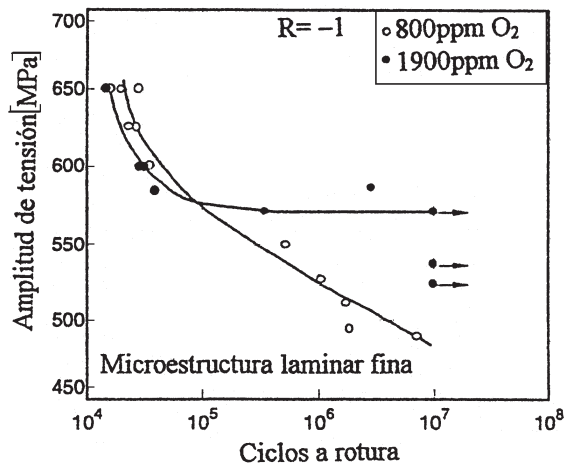


Figura 4.3 Efecto del contenido en intersticiales en la resistencia a fatiga [Sta79].

- d) El acabado superficial. Este es otro factor que modifica la vida a fatiga de un material. Pequeños defectos superficiales como rayas de pulido o microporos, pueden actuar como nucleadores de tensiones, acortando de forma efectiva la vida a fatiga. Por ello, un buen acabado superficial, con un pulido especular en la superficie de las muestras ensayadas, aumenta de forma notable la vida a fatiga.
 - e) El tratamiento superficial. Diversos estudios han mostrado que la formación de una capa superficial con tensiones compresivas, como la producida por el tratamiento de *shot peening*, mejora la vida a fatiga, ya que las tensiones compresivas cierran las microgrietas que se forman en la superficie del material [Man97].
- Además de estos factores intrínsecos, también existen modificadores extrínsecos:
- f) El medio de trabajo. Éste también tiene efecto sobre la vida a fatiga, como muestran los valores de la tabla 4.4, en la que se comparan los valores de resistencia a fatiga del Ti6Al4V en diversos medios de trabajo.
 - g) El efecto de reducción de la vida a fatiga en los ensayos realizados en aire y en solución salina de Ringer se debe al efecto corrosivo del medio ambiente, así como a una posible formación de hidruros de titanio en la zona de crecimiento de microgrietas, que debido a la expansión en volumen producida favorecen su crecimiento [Man97].
 - h) La temperatura de ensayo. Cada material presenta un factor función de la temperatura de trabajo. Sin embargo, dado que los ensayos se realizan en un ambiente controlado, este punto no afecta al presente estudio.

Otros factores extrínsecos, como posibles efectos corrosivos, la frecuencia de carga, la existencia de corrosión-fatiga, etc., también modifican el comportamiento a fatiga de los materiales.

Tabla 4.4 Valores de resistencia a fatiga (10^7 ciclos) del Ti6Al4V en diversos medios de ensayo [Man97].

Lote	Resistencia a fatiga [MPa]		
	Vacio	Aire	Solución Ringer
1	775	620	600
2	720	720	660
3	875	690	625
4	650	625	625
5	690	590	590

Comportamiento a fatiga del Ti6Al4V nitrurado

Los estudios clásicos del comportamiento a fatiga sobre aleaciones de titanio nitruradas se reducen a un trabajo en el cual se nitruraron mediante tratamiento termoquímico diversas aleaciones de titanio [Mit64]. Los resultados de comportamiento a fatiga obtenidos mostraron descensos de la vida a fatiga de hasta un 35%, respecto a los valores de las muestras no tratadas.

Dichos resultados son poco consistentes en cuanto se analiza el ensayo por el cual se obtuvieron. El ensayo de fatiga se realizó en una máquina rotatoria tipo Wöhler, con probetas lisas y con entalla. En ambos casos, la rugosidad superficial R_a era superior a $4 \mu m$. Este dato, si se tiene en cuenta la importancia del acabado superficial en el tratamiento de nitruración y en el comportamiento a fatiga, siembra dudas sobre los resultados obtenidos, tal y como estudios posteriores se encargaron de mostrar.

Diversos experimentos de ensayos de Wöhler de fatiga rotativa realizados posteriormente con muestras de titanio cp mostraron un elevado incremento de la resistencia y vida a fatiga de las muestras de titanio nitruradas, una elevada influencia por parte de la rugosidad superficial, tal y como se muestra en la figura 4.4 [Tok94]. Estos resultados contradicen claramente los anteriormente presentados.

La resistencia a fatiga de las muestras con tratamiento de recocido tiende a disminuir con el incremento de la temperatura de tratamiento, seguramente debido al incremento de tamaño de grano. Por el contrario, las muestras nitruradas aumentan su resistencia en

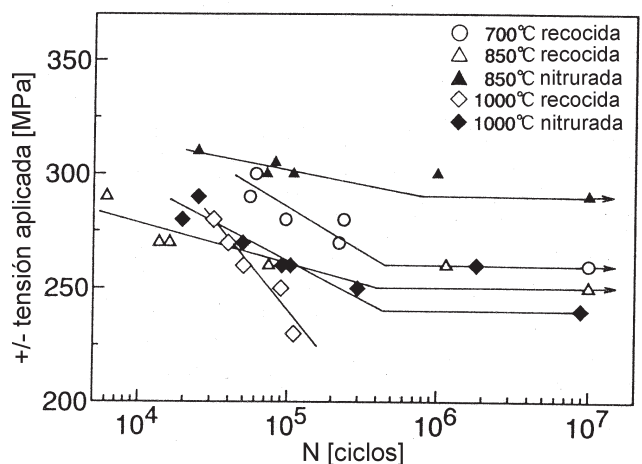


Figura 4.4 Curvas S-N de diferentes muestras de titanio [Tok94].

comparación con las muestras con un tratamiento de recocido.

Se observó también en el estudio citado que, si bien las grietas de fatiga se iniciaban en la superficie de la capa nitrurada, la capa de nitruración incrementaba la resistencia a la nucleación y crecimiento de grietas en comparación con las muestras con tratamiento de recocido, aunque dicho efecto se ve afectado por el crecimiento de grano, lo que produce que para materiales tratados a 1000° C dicha resistencia a fatiga sea casi la misma que la del material no nitrurado.

Por tanto, se observa que para el rango de temperaturas estudiado en la presente Tesis, el tratamiento termoquímico de nitruración produce una mejora del comportamiento a fatiga del titanio cp tratado.

Sin embargo, los buenos resultados obtenidos en el caso de la nitruración del titanio no son aplicables a la nitruración de la aleación Ti6Al4V. Diversos experimentos de fatiga rotativa realizados con muestras de Ti6Al4V nitruradas a 850° C durante 4 horas mostraron que la vida a fatiga oligocíclica de las muestras nitruradas era inferior a las tratadas térmicamente en las mismas condiciones pero no nitruradas, mientras que la vida a fatiga era ligeramente superior [Shi94]. Para tratamientos de nitruración más duraderos, de 15 horas, disminuye la resistencia a fatiga (figura 4.5) indicando que la formación de capas nitruradas endurecidas con un elevado espesor tiene efectos negativos en la vida a fatiga del Ti6Al4V, sobre todo cuando se compara con los valores obtenidos cuando el material se ha tratado térmicamente en un ciclo tratamiento de disolución y envejecimiento, uno de los tratamientos térmicos recomendados para mejorar la vida a fatiga del Ti6Al4V, presentando reducciones de la resistencia a fatiga del 20% [Han94, Bel86, Shi94].

Experimentos relacionados con la retirada de la capa superficial de nitruros mostraron que la capa superficial modificada por la nitruración tiene un importante efecto en una nucleación prematura de grieta en los

materiales nitrurados, formándose rápidamente una gran grieta. Ensayos realizados con la zona interior de las muestras, no afectada por la nitruración, mostraron que la velocidad de nucleación de las grietas era la misma que en las muestras no tratadas [Shi94]. Resultados posteriores mostraron que ensayos de vida a fatiga realizados con probetas de Ti6Al4V nitruradas a 566° C durante 8 horas presentaban un ligero incremento en la resistencia a fatiga [She96]. Estos resultados parecen sugerir una relación inversa entre la vida a fatiga y la temperatura de nitruración.

Otros tipos de tratamiento de nitruración también modifican el comportamiento a fatiga. Ensayos de fatiga rotatoria cíclica realizadas en máquinas de ensayos Wöhler de probetas de Ti6Al4V nitruradas por plasma mostraron una reducción del límite de resistencia a fatiga del 20% en comparación con el material no tratado. Sin embargo, si se realizaba la comparación respecto al material tratado a la misma temperatura y tiempo que el material nitrurado, pero sin la incorporación de nitrógeno, se observaba una mejora en el comportamiento a fatiga, lo que implica que la disminución de propiedades se debe a la modificación de las propiedades microestructurales en el núcleo de las probetas tratadas [Lan88]. Por otro lado, ensayos de fatiga en máquinas tipo Wöhler de probetas de Ti6Al4V nitrurado mediante PAPVD a 700° C durante 210 minutos mostraron que dicho tratamiento mejoraba el comportamiento a fatiga de las muestras respecto al Ti6Al4V no tratado en más de un 10%, como se muestra en la figura 4.6.

En resumen, se ha constatado que el efecto de la capa nitrurada en el comportamiento a fatiga está íntimamente relacionado con el efecto que la capa produce en la nucleación de grietas de fatiga. Como ya se ha visto, dicho efecto depende de la resistencia del material nitrurado. La resistencia a la nucleación de grieta se ve ligeramente disminuida por la capa nitrurada si la resistencia del material tratado es elevada, como es el caso

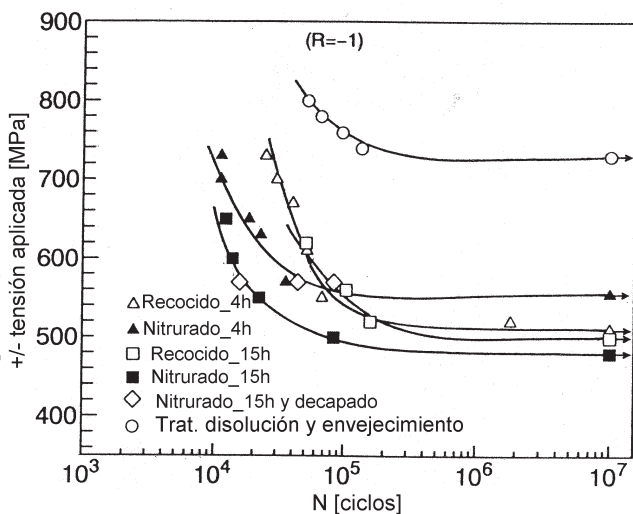


Figura 4.5 Curvas S-N de diferentes muestras de Ti6Al4V [Shi94].

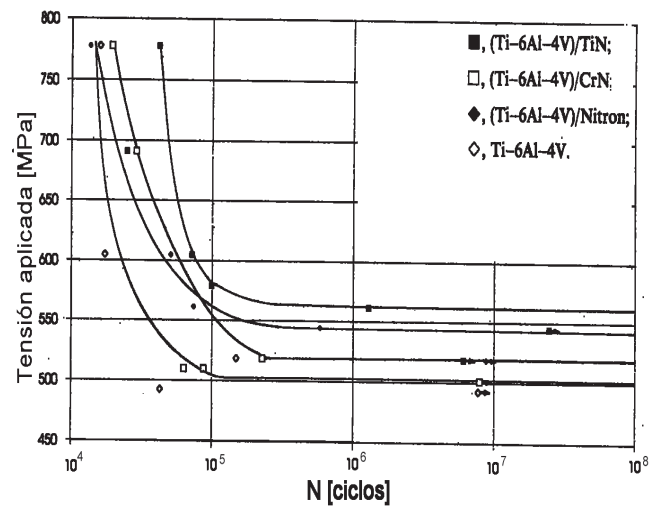


Figura 4.6 Curvas S-N de probetas de Ti6Al4V nitruradas mediante PAPVD [Wil93].

del Ti6Al4V, mientras que aumenta cuando la resistencia del material es baja, como el titanio cp, probablemente debido a la presencia de tensiones compresivas en la capa nitrurada.

Si bien el comportamiento a fatiga y las curvas S-N del titanio y del Ti6Al4V nitrurado no presentan excesivos problemas, el comportamiento a fatiga oligocíclica del material nitrurado no está tan clarificado.

Fatiga oligocíclica

El comportamiento a fatiga oligocíclica del Ti6Al4V varía de forma notable con el acabado superficial y de la microestructura. Un trabajo realizado sobre la fatiga oligocíclica del Ti6Al4V mostró la existencia de variaciones evidentes en la vida a fatiga que presentaban diversas microestructuras de Ti6Al4V a diferentes amplitudes de deformación, mostrados en la tabla 4.5 [Man97].

Se observó también que el daño acumulado en las probetas producía un reblandecimiento cíclico durante los ensayos de fatiga oligocíclica, tanto más acusado cuanto mayor era la deformación aplicada. Al aplicar estos datos a la obtención de curvas de tensión-deformación cíclica, se obtuvo la gráfica mostrada en la figura 4.7, en la que se muestra la existencia de un endurecimiento cíclico al aumentar la amplitud de deformación.

Para las amplitudes de deformación más bajas la nucleación de grietas en la estructura *mill-annealed* se produce en bandas de deslizamiento en los granos equiaxiales α y la nucleación en las interfaces α/β , donde existe una elevada concentración de tensiones. En el caso de deformaciones unitarias elevadas, además de los dos mecanismos de nucleación citados se observó la existencia de nucleación de grieta por fractura o descohesión de los granos de fase α primaria, dando lugar a unos orificios en la superficie de la muestra del tamaño de los granos α . Este tipo de mecanismo se observó con más frecuencia cuando la aleación estaba en contacto con medios agresivos, como suero fisiológico.

En el caso de la estructura de Widmanstätten, a amplitudes de deformación bajas la nucleación de grietas se produce fundamentalmente a lo largo de las interfaces α/β . La nucleación de grietas en bandas de deslizamiento en las placas α de Widmanstätten se hace más elevada cuanto más elevada es la amplitud de deformación. Las grietas, al propagarse por la microestructura, se bifurcan, dificultando su crecimiento y presentando mayor resistencia al crecimiento de grieta.

Tabla 4.5 Ciclos para rotura del material [Man97].

$\Delta\epsilon / 2$	Microestructura		
	<i>mill-annealed</i>	Widmanstätten	Martensita
$\pm 5 \cdot 10^{-3}$	87.717 ± 5.000	23.187 ± 2.500	14.302 ± 2.100
$\pm 7 \cdot 10^{-3}$	51.827 ± 4.000	916 ± 100	850 ± 105
$\pm 12 \cdot 10^{-3}$	211 ± 15	126 ± 15	75 ± 16

En general, los resultados obtenidos en el estudio realizado indicaron que los lugares más favorables para la nucleación de grietas por fatiga son las interfaces de las diferentes fases cristalográficas. Por ello, la nucleación de las grietas de fatiga se ve más favorecida en las morfologías aciculares que en las equiaxiales, ya que presentan un área interfacial entre las fases α/β más elevada [Man97].

En resumen, el comportamiento a fatiga oligocíclica de la microestructura *mill-annealed* la nucleación de grietas es muy lenta, pero una vez nucleadas, su crecimiento es bastante rápido. Por el contrario, en la estructura Widmanstätten la nucleación de grietas es más rápida que en la *mill-annealed*, pero la propagación es más lenta.

Dado que no se ha encontrado información referente al comportamiento a fatiga oligocíclica del Ti6Al4V nitrurado termoquímicamente, se procedió a realizar un estudio experimental de dicho comportamiento.

4.1.3 Fractografía

La resistencia a fractura depende de factores externos como el estado de tensiones, temperatura, medio exterior, etc., por lo que es importante controlar dichos factores al realizar los ensayos.

Los mecanismos de fractura se pueden clasificar en frágiles (clivaje o fluencia intergranular) y dúctiles del tipo transgranular, transgranular por fluencia o ruptura. La transición de un modo de fractura a otro no es instantánea sino que hay una zona de transición donde existe una mezcla de mecanismos, que se muestran como bandas en la figura 4.8.

En la figura 4.8 se observa que para el Ti6Al4V la aleación rompe de forma dúctil para temperaturas inferiores a 210° C y para un rango de tensiones elevadas. La microestructura en las zonas cercanas a la fractura está constituida por granos elongados en la dirección del ensayo y se observa la formación de microcavidades redondeadas. La fractura dúctil se

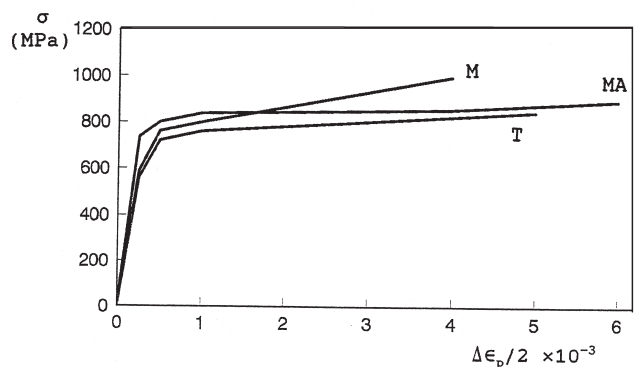


Figura 4.7 Curvas de tensión-deformación cíclica del Ti6Al4V. [Man97]

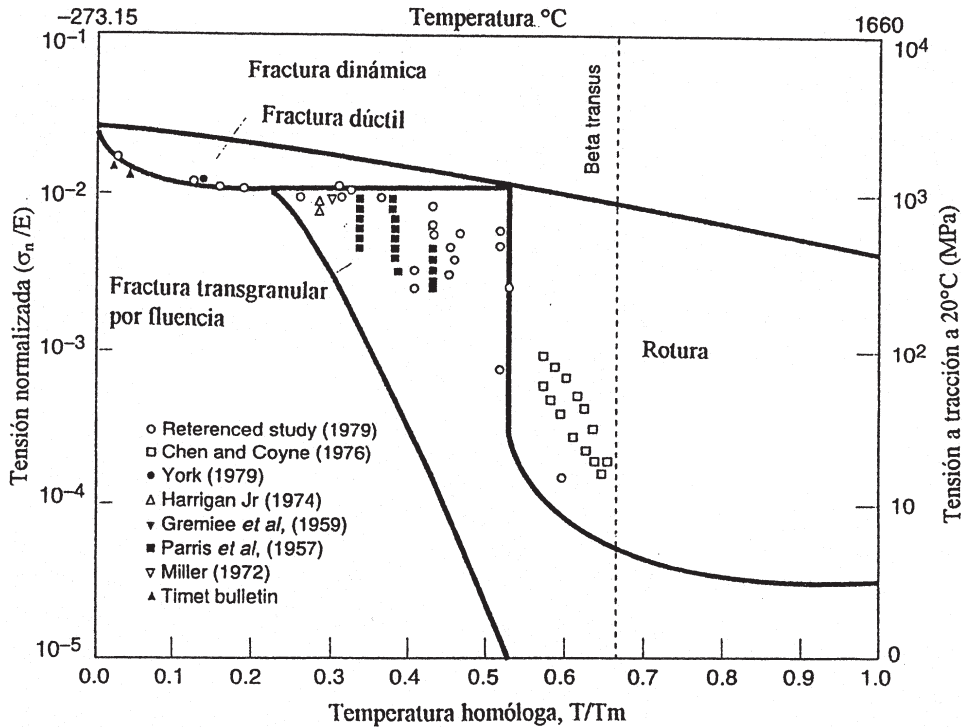


Figura 4.8 Mecanismos de fractura de la aleación Ti6Al4V en función de la tensión, temperatura y velocidad de deformación.

describe como la secuencia de procesos de nucleación, crecimiento y coalescencia de microcavidades.

La fractura transgranular por fluencia ocurre para un intervalo de temperaturas situado entre $0,25-0,5 T_f$ ($210-700^{\circ} C$) y para tensiones bajas, inferiores a 10^{-2} veces el límite elástico. Tanto la fractura transgranular por fluencia como la fractura dúctil presentan características similares, al ser ambas fracturas de tipo dúctil.

La fractura frágil se produce principalmente en presencia de medios agresivos.

En un trabajo realizado por Manero se muestra que la resistencia a fractura a la fractura del Ti6Al4V aumenta a medida que aumenta la presencia de fase β transformada (lamelas α/β), siendo los materiales β con tratamiento de recocido los que presentan la mayor resistencia. En general, microestructuras gruesas producen valores altos de resistencia a fractura.

Otros trabajos realizados mostraron que en la aleación Ti6Al4V se observó una fractura dúctil en la superficie de fractura, con una superficie altamente rugosa y la presencia de bloques de cuasi-clivaje con tamaños de hasta $500 \mu m$. En el caso del titanio puro se observó una superficie fractográfica rugosa y una fractura muy irregular, donde colonias de clivaje ocupaban casi por completo la zona fracturada, con un tamaño de bloque de $200-400 \mu m$ [Kim97].

Los estudios fractográficos de la microestructura *mill-annealed* del Ti6Al4V mostraron que la propagación de grietas no era sensible a la microestructura del material, así como la aparición de grietas secundarias perpendiculares a la dirección de avance de grieta, con pequeñas regiones estriadas.

En la microestructura Widmanstätten se pudieron observar bandas de deslizamiento perpendiculares a las placas de Widmanstätten de fase α . La densidad de estas bandas aumenta a medida que aumentan las amplitudes de deformación, lo que justifica que en muchos casos, se observara que la fractura se produjo por descohesión de placas.

En el Ti6Al4V nitrurado según el método estudiado en esta tesis, la microestructura presente tras el tratamiento es básicamente *mil-annealed*. Se realizó un estudio fractográfico de las muestras ensayadas a fatiga oligocíclica y de las muestras ensayadas a tracción

4.2 MATERIALES Y MÉTODOS

4.2.1 Materiales

El material estudiado fue la aleación Ti6Al4V, recibida en forma de barra de $12,7 \text{ mm}$ de diámetro. Se usó material proveniente del mismo lote para todos los ensayos, con las propiedades indicadas en el apartado 2.2.1.

4.2.1.1 Mecanizado

La barra de $12,7 \text{ mm}$ se mecanizó hasta obtener probetas normalizadas según el estándar ASTM E-890a, con la geometría mostrada en la figura 4.9.

4.2.1.2 Pulido

Dada la importancia del acabado superficial en el comportamiento a fatiga, se puso un especial interés en el acabado superficial. Tras mecanizar las probetas, se procedió al pulido de la caña según el protocolo indicado en el apartado 2.2.1, hasta obtener un acabado superficial especular, con una rugosidad R_a inferior a $0,05 \mu\text{m}$. Posteriormente, se limpió la probeta según las indicaciones del apartado 2.2.1.

4.2.1.3 Tratamiento térmico

Una vez completado el pulido y la limpieza de las probetas, éstas fueron nitruradas según el tratamiento termoquímico de nitruración indicado en el apartado 2.2.2.3.

4.2.2 Diseño factorial de experimentos

Al igual que en capítulo anterior, las variables objeto de estudio fueron la temperatura y el tiempo de tratamiento (figura 3.1b), con experimentos realizados a dos niveles (diseño 2^2 , 2 variables a 2 niveles) y comparados con el material no tratado y con una muestra codificada como Ti64_850_1_Ar (Ti6Al4V tratado a 850°C durante 1 hora en argón), tratada térmicamente según el procedimiento indicado en el apartado 2.2.2.3, con la modificación de trabajar en una atmósfera inerte de argón de alta pureza en lugar de una atmósfera de nitrógeno.

Mediante la aplicación de este diseño se estudió las propiedades mecánicas a tracción, así como la fractografía de las muestras ensayadas.

El estudio del comportamiento a fatiga oligocíclica también siguió el modelo indicado en la figura 3.1b, pero replicado por tres a fin de realizar comparaciones a diferentes grados de deformación plástica.

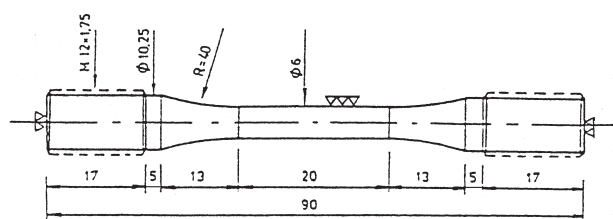


Figura 4.9 Dimensiones de las probetas mecanizadas para los ensayos.

4.2.3 Ensayos de tracción

Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina electromecánica Instron, modelo 4507, de 200 kN de capacidad con una velocidad de desplazamiento de mordazas de 2 mm/min. Las probetas ensayadas tenían la geometría definida en el apartado 4.2.1.1, con el pulido superficial indicado en el apartado 4.2.1.2. Todos los ensayos se realizaron en aire y a temperatura ambiente, con un rango de temperaturas $20\text{--}24^\circ\text{C}$.

4.2.4 Ensayos de fatiga oligocíclica

Los ensayos de fatiga oligocíclica tracción-compresión se realizaron en una máquina servohidráulica Instron de 100 kN de capacidad con un extensómetro Instron acoplado. Los ensayos se realizaron con control de deformación, con una relación $R_e = -1$, y con una frecuencia de trabajo entre 0,5 y 3 Hz. Se trabajó a amplitudes de deformación de $\pm 5 \cdot 10^{-3}$, $\pm 6 \cdot 10^{-3}$ y $\pm 7 \cdot 10^{-3}$. Estas deformaciones se obtuvieron a partir de los datos existentes en la bibliografía [Man97, Han94] para trabajar en un régimen de fatiga oligocíclica (figura 4.10)

Las probetas ensayadas tenían la geometría definida en el apartado 4.2.1.1, con el pulido superficial indicado en el apartado 4.2.1.2. Todos los ensayos se realizaron en aire y a temperatura ambiente, con un rango de temperaturas $20\text{--}24^\circ\text{C}$.

4.2.5 Fractografía

Tras realizar los ensayos indicados en el apartado anterior, se tomaron secciones delgadas de las muestras con un espesor de unos $300 \mu\text{m}$, para fracturar dichas secciones y comparar el comportamiento a fractura con el observado en fatiga oligocíclica. También se tomaron las muestras de titanio nitrurado tratadas según el diseño de experimentos descrito en el apartado 3.2.2 para realizar las oportunas comparaciones.

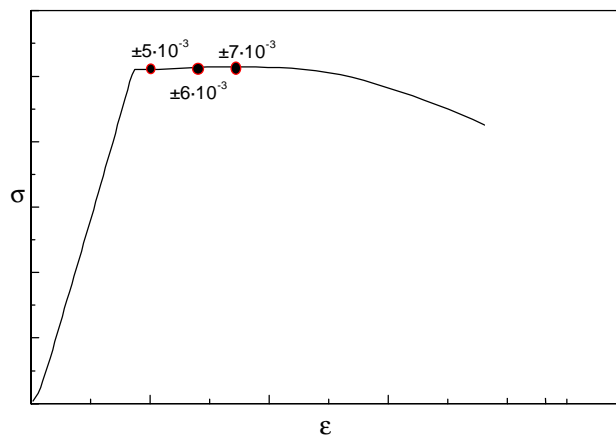


Figura 4.10 Relación entre el valor de deformación en los ensayos a la curva de tracción del Ti6Al4V no tratado.

4.3 RESULTADOS

4.3.1 Propiedades mecánicas

Los resultados obtenidos de los ensayos mecánicos a tracción descritos en el apartado 4.2.3 se muestran en la tabla 4.6.

Cabe destacar que estos valores pueden presentar variaciones al compararlos con los obtenidos por otros autores, debido a la gran dependencia de las propiedades mecánicas con la composición química y la microestructura del material.

La fractografía del testigo extraído de la muestra de Ti64_NT muestra una típica fractura dúctil, con nucleación y coalescencia de microporosidades (figura 4.11).

Sin embargo, en todas las muestras nitruradas estudiadas, tanto del titanio como del Ti6Al4V, se observa una zona superficial de fractura frágil, coincidente con la zona nitrurada con endurecimiento y difusión de nitrógeno, y una zona interior, con un mecanismo de fractura dúctil.

4.3.2 Fatiga oligocíclica

Los datos obtenidos de los ensayos de fatiga oligocíclica referentes a los ciclos de vida a rotura se muestran en la tabla 4.7.

Los datos muestran una transición de un comportamiento a fatiga (para deformaciones de $\pm 5 \cdot 10^{-3}$) a un comportamiento de fatiga oligocíclica, como el que se presenta en las muestras tratadas ensayadas a una deformación de $\pm 7 \cdot 10^{-3}$. También se puede comprobar un comportamiento diferente al que presentan las muestras de Ti6Al4V no tratadas.

El estudio de los diferentes ensayos también han mostrado el fenómeno de reblandecimiento comentado en el apartado 4.1.2 en las muestras ensayadas a deformaciones unitarias superiores a $\pm 5 \cdot 10^{-3}$. En la figura 4.12 se muestra una comparación del reblandecimiento cíclico de las muestras Ti64_NT y Ti64_900_1 ensayadas a diferentes valores de deformación con los valores publicados por Manero [Man97].

El comportamiento de las muestras nitruradas sigue la misma tendencia que presentan las muestras no tratadas, si bien con unas propiedades ligeramente inferiores.

Tabla 4.6 Propiedades mecánicas de las probetas ensayadas.

	σ_y [MPa]	σ_R [MPa]	E [MPa]	elongación [%]	estricción [%]
Ti6Al4V NT	981,1	1.049,6	112,4	13,9	54
Ti64_850_1	909,5	999,0	120,6	15,3	51
Ti64_850_4	866,3	980,3	123,7	14,0	41
Ti64_900_1	913,6	1.011,4	113,3	12,7	38
Ti64_900_4	883,9	999,0	127,3	13,5	39
Ti64_900_1_Ar	929,1	1.023,1	111,6	13,8	54

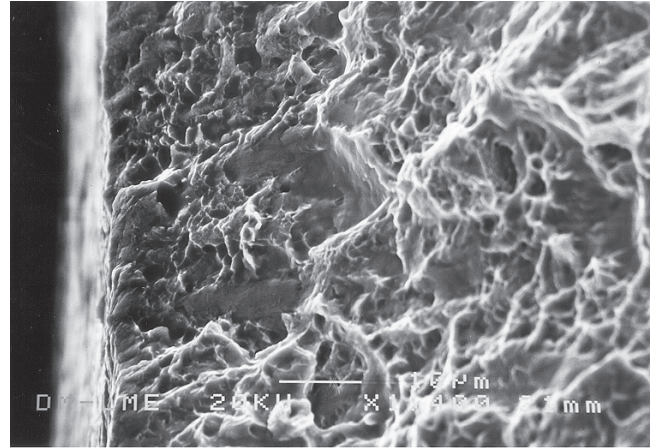


Figura 4.11 Fractografía de una muestra de Ti64_NT.

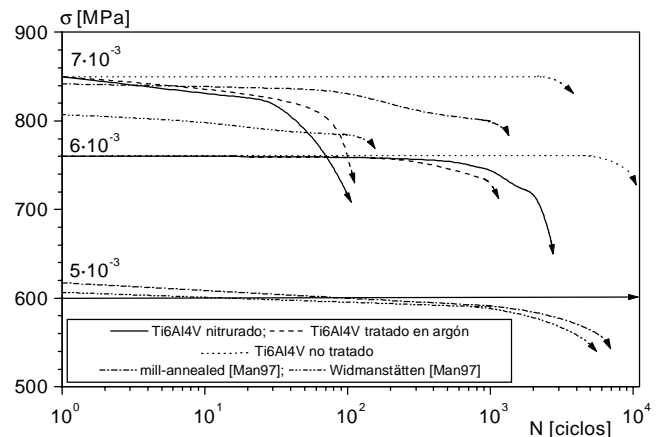


Figura 4.12 Curvas de reblandecimiento cíclico para las muestras Ti64_900_1 y muestras de Ti6Al4V con microestructuras mill-annealed y Widmanstätten.

Las observaciones fractográficas de las muestras ensayadas (figura 4.13) muestran una diferenciación de comportamiento entre las muestras no tratadas y tratadas térmicamente en argón (figura 4.11), con un comportamiento dúctil a fractura y las muestras nitruradas, que presentan una fractura frágil en la capa nitrurada.

Tabla 4.7 Ciclos a rotura de muestras sometidas a fatiga oligocíclica.

$\Delta\epsilon / 2$	Ciclos a rotura $\pm\sigma$ (n = 3)					
	NT	900_1_Ar	850_1	850_4	900_1	900_4
$\pm 5 \cdot 10^{-3}$	69.229 \pm 5.115	19.204 \pm 1.989	12.423 \pm 2.132	8.841 \pm 1.526	10.702 \pm 1.374	5.383 \pm 636
$\pm 6 \cdot 10^{-3}$	11.128 \pm 1.435	1.950 \pm 421	3.313 \pm 549	1.511 \pm 385	3.026 \pm 522	1.178 \pm 257
$\pm 7 \cdot 10^{-3}$	5.033 \pm 550	156 \pm 47	207 \pm 55	138 \pm 37	191 \pm 57	102 \pm 29

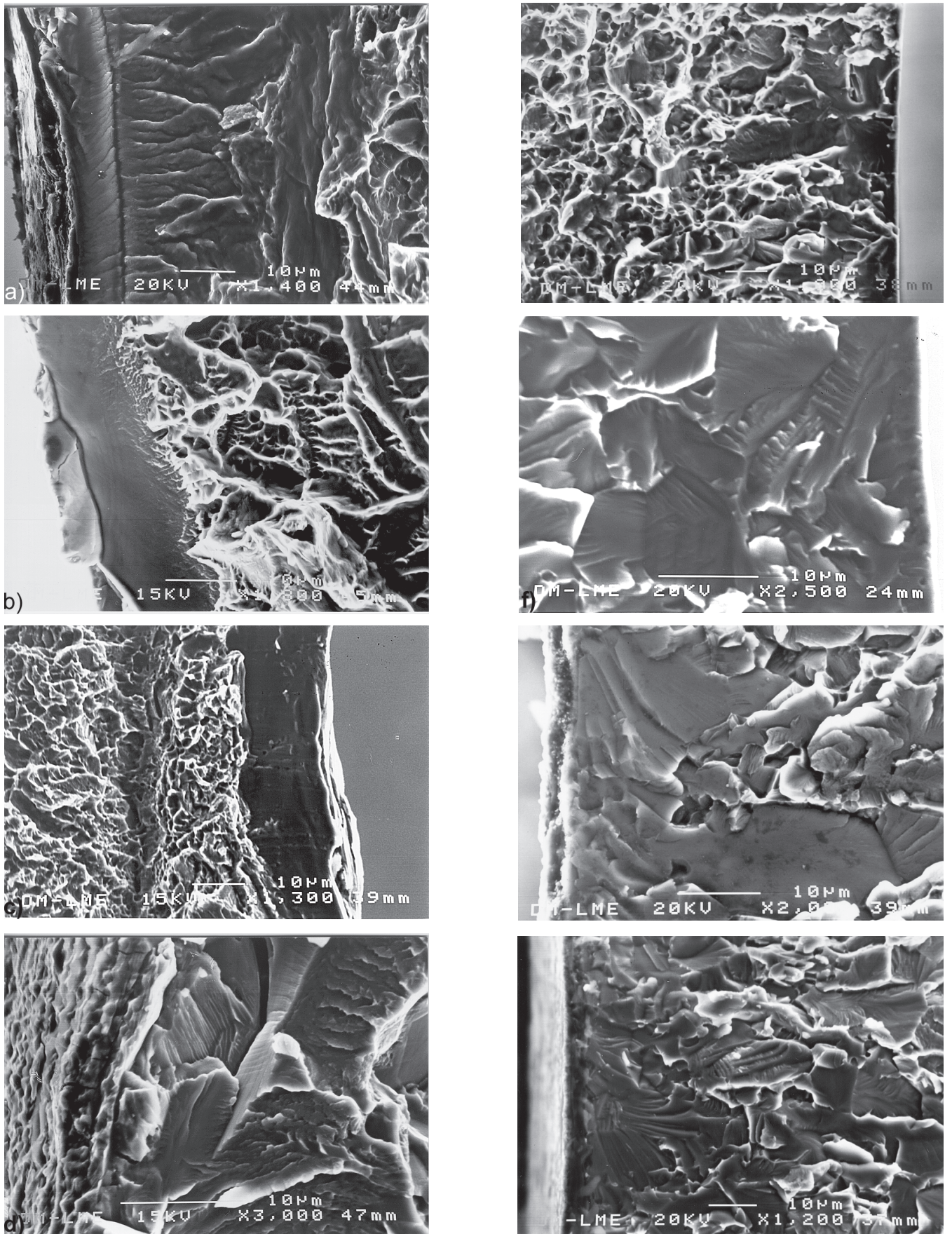


Figura 4.13 Fractografía muestra titanio y Ti6Al4V nitrurados: a) Ti_800_1; b) Ti_800_4; c) Ti_850_1; d) Ti_850_4; e) Ti64_850_1; f) Ti64_850_4; g) Ti64_900_1; h) Ti64_900_4.

Las muestras no tratadas y tratadas en argón muestran, para todas las deformaciones estudiadas, un inicio de fractura por fatiga en la superficie de las muestras, generalmente a partir de un defecto, como se muestra en la figura 4.14.

La grieta nucleada en la superficie tiene un crecimiento por fatiga, del cual se puede incluso observar los ciclos de crecimiento en forma de estrías en sentido perpendicular al del crecimiento de la grieta en la figura 4.15.

Tras un proceso mayor o menor de crecimiento de grieta, se alcanza en un momento dado un punto crítico en el que la muestra no puede soportar la tensión y aparece fractura dúctil, como se muestra claramente en la fractura en forma de copa de la fractura en la figura 4.16.

Por el contrario, las muestras nitruradas presentan una fractografía diferente. En primer lugar, la superficie de las muestras presentan grietas en las capas nitruradas, como se muestra en la figura 4.17.

Las variaciones más evidentes respecto a las muestras no tratadas se presentan en los 100 μm superficiales de la muestra. En la zona nitrurada se observa fractura frágil transgranular, con un comportamiento que evidencia una gran fragilidad y la existencia de elevadas tensiones residuales en la capa nitrurada, como se observa en la figura 4.18.

Tras presentar un comportamiento frágil en la zona nitrurada (50–200 μm) se produce una transición a un mecanismo de fatiga, mostrada en la figura 4.19, para acabar presentando un núcleo fracturado por fractura dúctil, tras recorrer la grieta más de 1 mm.

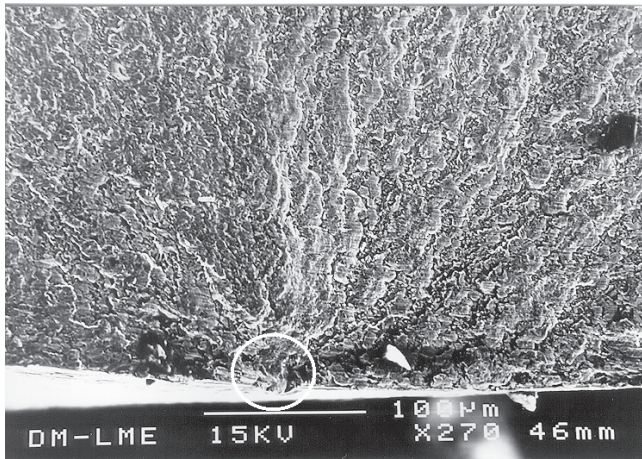


Figura 4.14 Fractografía de una muestra Ti64_NT ensayada a una deformación de $\epsilon = \pm 5 \cdot 10^{-3}$.

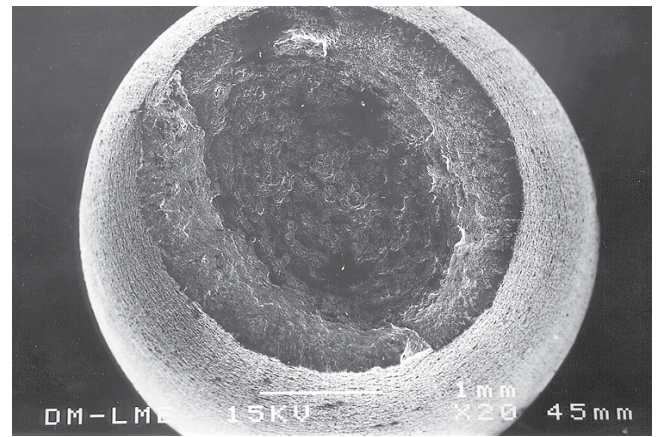


Figura 4.16 Fractografía de una muestra Ti64_900_1_Ar ensayada a una deformación de $e = \pm 7 \cdot 10^{-3}$.

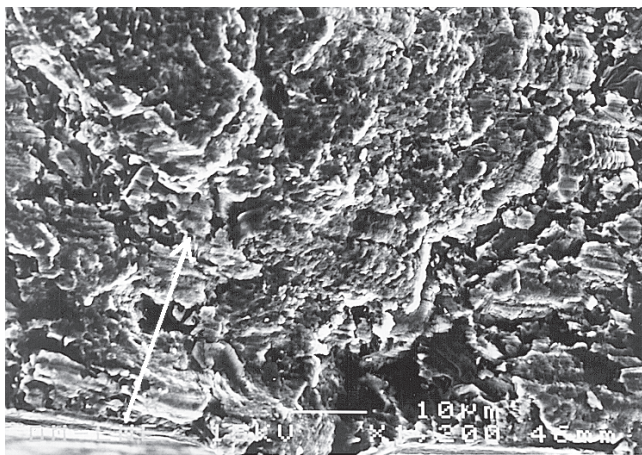


Figura 4.15 Fractografía de una muestra Ti64_NT ensayada a una deformación de $\epsilon = \pm 5 \cdot 10^{-3}$.

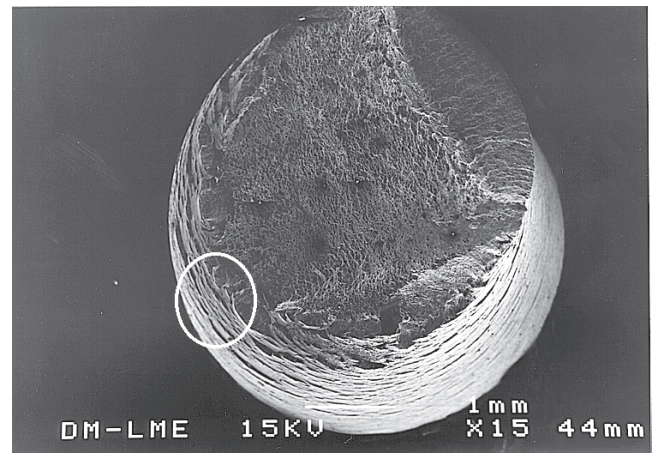


Figura 4.17 Fractografía de una muestra Ti64_900_1 ensayada a una deformación de $\epsilon = \pm 6 \cdot 10^{-3}$.

4.4 DISCUSIÓN

4.4.1 Propiedades mecánicas

La comparación de las propiedades mecánicas obtenidas de las muestras nitruradas, las tratadas térmicamente en argón y las presentadas en el apartado 4.1.1, relativas a otros trabajos, demuestra que el tratamiento termoquímico de nitruración no reduce las propiedades mecánicas del Ti6Al4V, sino que incluso mejora dichas propiedades respecto a valores dados por las referencias, como se puede comprobar en la tabla 4.8.

La comparación con muestras no tratadas no es tan positiva, ya que se evidencia una pérdida de propiedades mecánicas, a excepción de la elongación, que se mantiene prácticamente constante. Sin embargo, esta reducción de propiedades no es muy importante, ya que no llega a una reducción del 5%.

Otro punto a destacar es el ligero incremento en el módulo de Young que presentan las probetas nitruradas respecto a las muestras no tratadas. Surge de forma inmediata la hipótesis de que el incremento producido se debe de forma exclusiva a la capa nitrurada que se forma en la superficie. Dicha capa, como se ha explicado en el apartado 4.1.2, tiene un módulo de Young más elevado que el Ti6Al4V debido a la elevada rigidez de los nitruros y al efecto de anclaje de dislocaciones producido por la difusión del nitrógeno en el Ti6Al4V, lo que aumenta la rigidez del material. Los hechos de que el incremento en el módulo de Young sea mayor para las probetas nitruradas a temperaturas y tiempos más elevados de tratamiento, así como las evidencias fractográficas de fractura frágil en las capas nitruradas, debidas a las diferencias en la resistencia a deformación plástica entre el material base y la capa de nitruros, confirman la hipótesis mencionada.

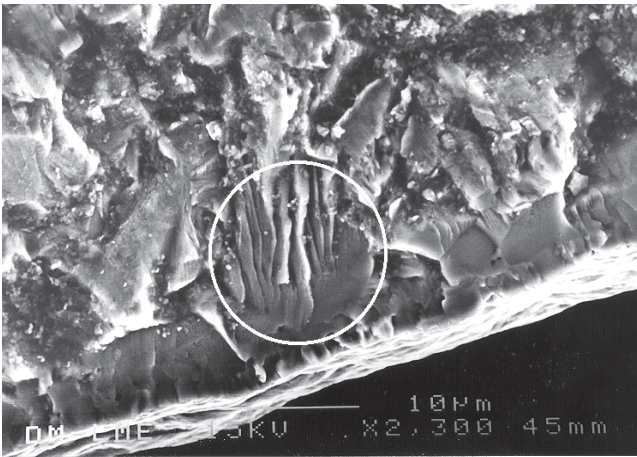


Figura 4.18 Detalle de la fractografía de una muestra Ti64_900_1 ensayada a una deformación de $\pm 5 \cdot 10^{-3}$.

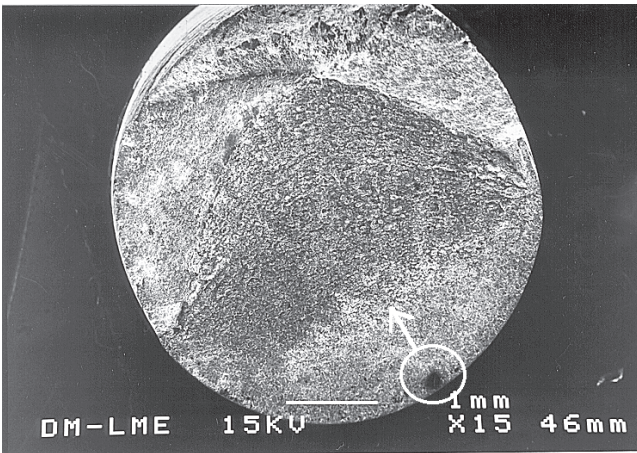


Figura 4.19 Fractografía de una muestra Ti64_900_1 ensayada a una deformación de $\pm 5 \cdot 10^{-3}$.

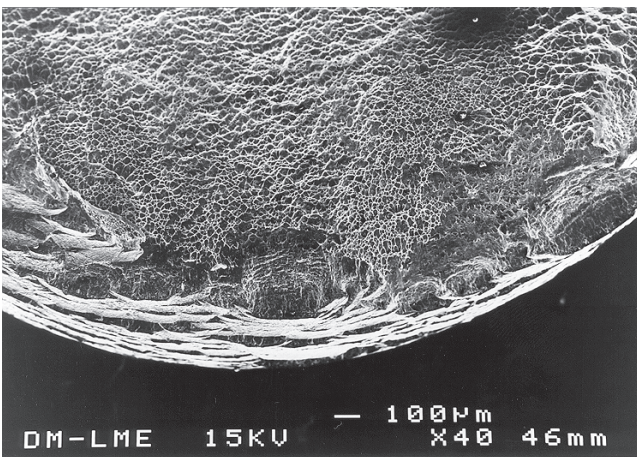


Figura 4.20 Fractografía de la zona central de una muestra Ti64_900_1 ensayada a una deformación de $\pm 6 \cdot 10^{-3}$.

Tabla 4.8 Comparación de propiedades mecánicas del Ti6Al4V.

Tratamiento	σ_y [MPa]	σ_R [MPa]	elongación [%]
recocido ^a	986	1050	14
Ti64_NT ^b	981	1049	14
Widmanstätten ^a	860	992	6
845° C, 1h, enfr. aire ^c	852	993	21
845° C, 1h, enfr. horno ^c	897	959	20
Ti64_900_1_Ar ^b	929	1023	14
Ti64_850_1 ^b	910	999	15

^a [Man97]

^b Presente trabajo

^c [Han94]

4.4.2 Comportamiento a fatiga

La conjunción de los datos obtenidos de fatiga oligocíclica con los datos de curvas S-N publicados por Shibata *et al* para probetas también nitruradas se muestran en la figura 4.21.

Los resultados obtenidos muestran una tendencia común, con las variaciones previsible al tratarse de ensayos realizados en diferentes condiciones y con materiales base de diversa procedencia. La tendencia muestra que el comportamiento a fatiga del Ti6Al4V nitrurado es comparable al del material tratado térmicamente en las mismas circunstancias, e incluso la resistencia a fatiga es un poco mejor, seguramente debido al efecto de prevención de nucleación superficial de grietas producido por la capa de nitruros. Cabe destacar, sin embargo, que el comportamiento a deformación cíclica (fatiga oligocíclica) es peor que la del material tratado térmicamente en las mismas condiciones.

La comparación de las propiedades de las muestras nitruradas respecto a las muestras tratadas en vacío para $N_f < 50.000$ muestra una reducción de la resistencia a fatiga de un 10%, que no se puede explicar por el mecanismo de modificación de la microestructura comentado en el apartado 4.1.2. La hipótesis más probable es que la reducción de propiedades se deba a la gran diferencia en la resistencia a deformación [Shi94]. Al producirse grandes deformaciones en el Ti6Al4V del interior de las muestras, la capa de nitruros también se ve sujeta a estas elevadas deformaciones, las cuales no puede soportar, por lo que se produce la nucleación y crecimiento de una fractura frágil en la capa nitrurada, la cual se propaga rápidamente hacia el interior del material. Cuando las deformaciones son menores, la deformación existente no es suficiente para producir fractura frágil en la capa de nitruros, la cual, con sus buenas propiedades, mejora el comportamiento a fatiga.

La comparación de los resultados obtenidos con los que presenta el Ti6Al4V tras un tratamiento de disolución y envejecimiento [Shi94], que es el tratamiento térmico con mejores resultados de cara al comportamiento a fatiga, es claramente desfavorable para el Ti6Al4V nitrurado, con una reducción de la resistencia a fatiga de casi el 25%. Cabe destacar, sin embargo, que la comparación con el material tratado en vacío proporciona una reducción de propiedades de menos del 10%. Esta reducción de propiedades se debe a un efecto sobre la microestructura causada por el tratamiento térmico, el cual modifica la microestructura *mill-annealed* presente en el material no tratado por una microestructura con fase α primaria y fase β retransformada en Widmanstätten, como se mostró en el apartado 3.3.1.4.

El reblandecimiento de las muestras nitruradas durante el ensayo, expuesto en la figura 4.13, muestra una cierta similitud con los datos obtenidos por otros trabajos relativos a muestras con microestructura Widmanstätten [Man97]. Esto es razonable, dada la microestructura obtenida en el interior de las muestras nitruradas, compuesta por fase α primaria y una estructura Widmanstätten. Dada la microestructura presente, se ha teorizado que el reblandecimiento pueda ser debido a una inhibición de los deslizamientos cruzados por la presencia de nitrógeno (apartado 4.1.2), lo que reduce el anclaje de dislocaciones. El resultado es que se favorece que las dislocaciones se deslicen en un mismo plano, permitiendo un deslizamiento reversible durante el ciclo de fatiga, por lo que se necesita una carga menor para conseguir la misma deformación en el material [Man97].

Es necesario destacar la posibilidad existente de mejorar los valores de vida a fatiga obtenidos mediante diversos tratamientos. Un método a estudiar sería realizar un tratamiento térmico posterior al tratamiento de nitruración con el que se obtuviera una microestructura resultante similar a la obtenida mediante un tratamiento de disolución más envejecimiento. Otro método de mejora del comportamiento a fatiga del Ti6Al4V nitrurado, experimentalmente demostrado por diversos autores, consiste en realizar un tratamiento por *shot peening* posteriormente a la nitruración del material [Mor88, Blo97]. Este tratamiento proporciona unos valores razonables de resistencia a fatiga, si bien impide el uso del material tratado en superficies articulares debido al incremento de rugosidad.

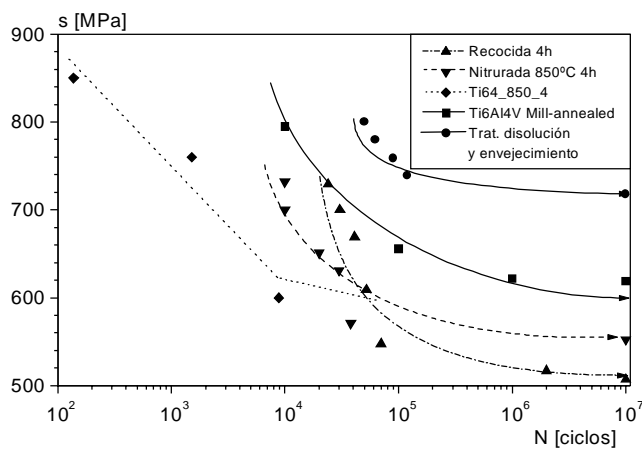


Figura 4.21 Comparación de resultados de comportamiento a fatiga.

REFERENCIAS

- [Bel86] Bell T., Bergmann H.W., Lanagan J., Surface engineering of titanium with nitrogen, *Surface Engineering*, **2**, pp. 133-143 (1986).
- [Blo97] Bloyce A., *Wear protection of titanium alloys; Surface performance of titanium*, ISBN 0-87339-402-X, ed. ASM-TMS, pp. 155-169 (1997).
- [Dea99] Dearnley P.A., A review of metallic, ceramic and surface-treated metals used for bearing surfaces in human joint replacements, *Proceedings of the Institute of Mechanical Engineers Part H*, **213**, pp. 107-135 (1999).
- [Han94] *Handbook of Material Properties: Titanium alloys*, Welsh G., Boyer R., Collins E.W., ASM, Ohio, EEUU (1994).
- [Kim97] Kim H.M., Miyaji F., Kokubo T., Nakamura T., Bonding strength of bonelike apatite layer to Ti metal substrate, *Journal of Biomedical Materials Research (Applied Biomaterials)*, **38**, pp. 121-127 (1997).
- [Lan88] Lanagan J., Properties of plasma nitrided titanium alloys, *Proceedings of the 6th World Conference On Titanium*, Cannes, France 1957-1962 (1988).
- [Lüt85] Lütgering G., Gysler A., Titanium Science and Technology, **4**, *Deutsche Gesellschaft für Metallkunde*, pp. 2068 (1985).
- [Man97] Manero J.M., "Estudio del comportamiento a fatiga oligocíclica de la aleación Ti6Al4V tratada térmicamente", Tesis de doctorado dirigida por el Dr. J. A. Planell, Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona (1997).
- [Mit64] Mitchell E., Brotherton P.J., Surface treatments for improving the wear-resistance and friction properties of titanium and its alloys, *Journal of the Institute of Metals*, **93**, pp. 381-386 (1964-65).
- [Mor88] Morton P.H., Bell T., Surface engineering of titanium, *Proceedings of the 6th World Conference On Titanium*, Cannes, France pp. 1705-1712 (1988).
- [She96] Shetty R.H., Mechanical and corrosion properties of nitrogen diffusion hardened Ti6Al4V alloy, *Medical applications of titanium and its alloys*, ASM-STP 1272, ISBN 0-8031-2010-9, pp. 240-251 (1996).
- [Shi94] Shibata H., Tokaji K., Ogawa T., Hori C., The effect of gas nitriding on fatigue behaviour in titanium alloys, *Fatigue*, **16**, pp. 370-376 (1994).
- [Sta79] Starke E.A., Lütgering G., *Cyclic plastic deformation and microstructure, fatigue and Microstructure*, ASM ed., pp. 237 (1979).
- [Tok94] Tokaji K., Ogawa T., Shibata H., The effect of gas nitriding on fatigue behaviour in pure titanium, *Fatigue*, **16**, pp. 331-336 (1994).
- [Wil93] Wilson A., Matthews A., Housden J., Turner R., Garside B., A comparison of the wear and fatigue properties of plasma-assisted physical vapour deposition TiN, CrN and duplex coatings on Ti6Al4V, *Surface and Coatings Technology*, **62**, pp. 600-607 (1993).

