

Fatiga oligocíclica de la aleación Ti6Al4V nitrurada termoquímicamente

D. Rodríguez*, J.M. Manero*, F.J. Gil* y J.A. Planell*

Resumen

El uso del titanio y sus aleaciones en aplicaciones con existencia de fricción es limitado, debido a su baja dureza y malas propiedades tribológicas. Existen diversos tratamientos superficiales capaces de corregir dichos problemas, como el tratamiento térmico superficial mediante difusión gaseosa del nitrógeno a alta temperatura. El nitrógeno penetra en el material a tratar por difusión, formando una capa superficial de elevada dureza. Se ha estudiado el comportamiento a fatiga oligocíclica en aire del Ti6Al4V nitrurado. Los resultados muestran una disminución de la resistencia a fatiga oligocíclica de hasta un 10 % respecto al material sin nitrurar. Los estudios sugieren que se debe a cambios en la microestructura causados por el tratamiento a altas temperaturas, y no por la capa superficial de nitruros de titanio.

Palabras clave

Ti6Al4V. Nitruración. Tratamiento superficial. Fatiga oligocíclica.

Oligocyclic fatigue of the thermochemically nitrided Ti6Al4V alloy

Abstract

The use of titanium and its alloys in applications with the presence of friction is limited, due to low hardness and reduced tribological properties. Some surface treatments are available in order to correct these problems, like the thermal surface treatment by means of nitrogen gaseous diffusion at high temperature. Nitrogen enters into the material by diffusion, creating a surface layer of increased hardness. Oligocyclic fatigue behaviour in air of Ti6Al4V alloy has been studied. Results show a reduction of oligocyclic fatigue loads up to 10 % compared to the not-treated material. Studies suggest it is not related to the titanium nitride surface layer, but to microstructural changes caused by the high temperature treatment.

Keywords

Ti6Al4V. Nitriding. Surface treatment. Oligocyclic fatigue.

1. INTRODUCCIÓN

El titanio y sus aleaciones son unos de los materiales con mayor resistencia mecánica específica y con unos elevados valores de resistencia a fatiga. Sin embargo, su uso en aplicaciones con existencia de fricción es limitado, debido a su baja dureza y malas propiedades tribológicas.

Un tratamiento disponible para mejorar dichas propiedades es el tratamiento térmico superficial mediante difusión gaseosa del nitrógeno a alta temperatura. El nitrógeno penetra en el material a tratar por difusión, formando una capa superficial de elevada dureza. Dicho incremento de dureza se debe a la formación de una capa de nitruros de titanio, nitruros δ (TiN) y nitruros ϵ (Ti₂N), los cuales presentan una elevada dureza de unos 2000 HV. También se produce una incorporación de nitrógeno

no como elemento intersticial en el interior del material tratado.

El comportamiento a fatiga oligocíclica del Ti6Al4V varía de forma notable con el acabado superficial y la microestructura^[1]. 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. El presente trabajo ha estudiado el comportamiento a fatiga oligocíclica en aire del Ti6Al4V nitrurado, a diferentes amplitudes de deformación.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

El material estudiado fue la aleación Ti6Al4V. La microestructura en recepción era *mill-annealed*,

(*) ETSEIB – Depto. Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. CREB – Centre de Recerca en Enginyeria Biomèdica Av. Diagonal 647; 08028 – Barcelona (España).

con un tamaño de grano ASTM de 11,8. La composición química y las microestructuras se ajustan al estándar ASTM F136 para su aplicación en implantes quirúrgicos. El material recibido se mecanizó hasta obtener probetas normalizadas según el estándar ASTM E606.

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 con una sucesión de pulidos, primero con papel de esmeril de carburo de silicio de 1.200 *grit*, y posteriormente con suspensiones de alúmina de 1 y 0,05 μm , hasta obtener un acabado superficial especular, con una rugosidad R_a inferior a 0,05 μm .

Una vez completado el pulido, las probetas se limpiaron en un baño de ultrasonidos en acetona durante 20 min, seguido por un baño en alcohol durante 10 min. Las probetas así preparadas fueron nitruradas según el tratamiento termoquímico de nitruración descrito en otro trabajo^[2].

Las variables objeto de estudio fueron la temperatura y el tiempo de tratamiento, con experimentos realizados a dos niveles (diseño 2², 2 variables a 2 niveles) y comparados con el material no tratado (NT) y con una muestra tratada también térmicamente, pero con la modificación de trabajar en una atmósfera inerte de argón de alta pureza en lugar de una atmósfera de nitrógeno. Las temperaturas de tratamiento fueron 850 °C y 900 °C y, los tiempos, 1 y 4 h. Las muestras se codificaron según temperatura y tiempo de tratamiento (Ti64_800_1: muestra tratada 1 h a 800 °C) además de las probetas control (NT: no tratada) y de las tratadas en argón (AR).

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 en-

tre 0,5 y 3 Hz. Las fijaciones de la probeta en ambos extremos permitían el movimiento lateral durante el montaje de la probeta, facilitando, así, su alineamiento. 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^[1 y 3] para trabajar en un régimen de fatiga oligocíclica. Todos los ensayos se realizaron en aire y a temperatura ambiente.

3. RESULTADOS

Los datos obtenidos de los ensayos de fatiga oligocíclica referentes a los ciclos de vida a rotura se muestran en la tabla I y muestran claramente una transición de un comportamiento a fatiga (para deformaciones de $\pm 5 \cdot 10^{-3}$) a un comportamiento de fatiga claramente 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 claramente diferente al que presentan las muestras de Ti6Al4V no tratadas.

El estudio de los diferentes ensayos también ha mostrado un fenómeno de ablandamiento en las muestras ensayadas a deformaciones unitarias superiores a $\pm 5 \cdot 10^{-3}$. En la figura 1 se muestra una comparación del ablandamiento cíclico de las muestras Ti64_NT y Ti64_900_1 ensayadas a diferentes valores de deformación con los valores publicados por Manero^[1].

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

Las observaciones fractográficas de las muestras ensayadas muestran claramente una diferenciación de comportamiento entre las muestras no tratadas y tratadas térmicamente en argón, y las muestras nitruradas.

Las muestras no tratadas y tratadas en argón muestran, para todas las deformaciones estudiadas,

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

Table I. Cycles to failure of samples tested to oligocyclic fatigue

Carga [kN]	$\sigma_{\text{norm}}^{(1)}$	$\Delta\epsilon / 2$	Ciclos a rotura $\pm \sigma$ (n=3)						
			NT	900_1_AR	850_1	850_4	900_1	900_4	
11,8	0,926	$\pm 5 \cdot 10^{-3}$	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	
14,9	1,169	$\pm 6 \cdot 10^{-3}$	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	
16,7	1,311	$\pm 7 \cdot 10^{-3}$	5.033 \pm 550	156 \pm 47	207 \pm 55	138 \pm 37	191 \pm 57	102 \pm 29	

⁽¹⁾ Límite elástico monotónico en aire: 649 MPa^[1]

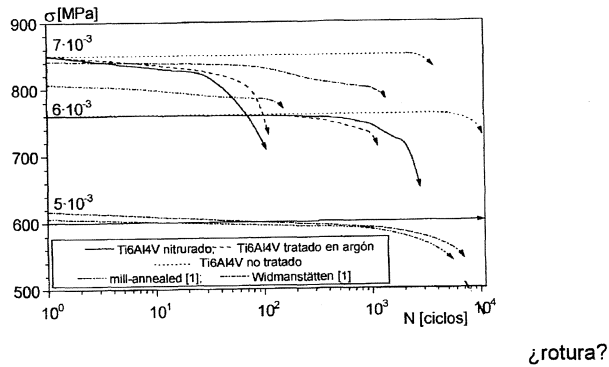


Figura 1. Curvas de ablandamiento cíclico para las muestras Ti64_900_1 y muestras de Ti6Al4V con microestructuras mill-annealed y Widmanstätten.

Figure 1. Cyclic softening curves for the sample Ti64_900_1 and samples of Ti6Al4V with millannealed and Widmanstätten structures.

un inicio de fractura por fatiga en su superficie, generalmente a partir de un defecto superficial del mecanizado. La grieta nucleada en la superficie tiene un crecimiento por fatiga. 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.

Por el contrario, las muestras nitruradas presentan una fractografía diferente. 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.

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 2, para acabar presentando un núcleo fracturado por fractura dúctil, tras recorrer la grieta más de 1 mm (Fig. 3).

4. DISCUSIÓN

La conjunción de los datos obtenidos de fatiga oligocíclica con los datos de curvas S–N publicados por Shibata *et al.*^[4] para muestras también nitruradas se muestran en la figura 4.

Los resultados obtenidos muestran una tendencia común, con las variaciones previsibles 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 cir-

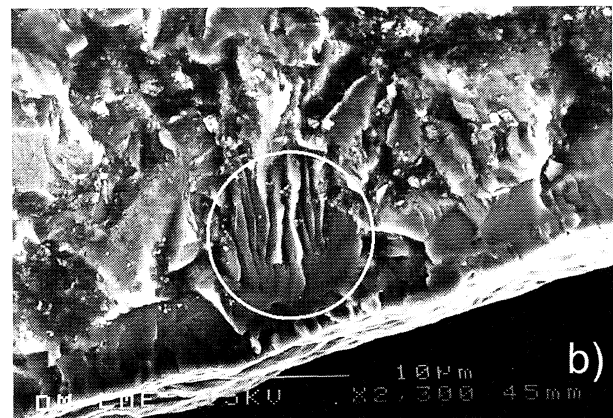
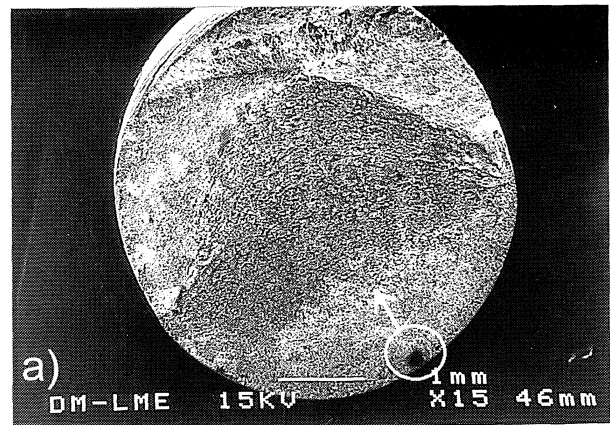


Figura 2. a) Vista general y b) detalle de la fractografía de una muestra Ti64_900_1 ensayada a una deformación de $\pm 5 \cdot 10^{-3}$.

Figure 2. a) General view and b) detail of the fractography of the sample Ti64_900_1 tested with a deformation of $\pm 5 \cdot 10^{-3}$.

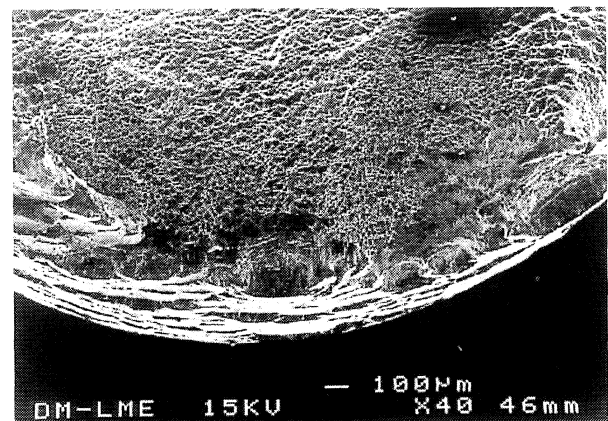


Figura 3. Fractografía de la zona central de una muestra Ti64_900_1 ensayada a una deformación de $\pm 6 \cdot 10^{-3}$.

Figure 3. Fractography of the central region of the sample Ti64_900_1 tested with a deformation of $\pm 6 \cdot 10^{-3}$.

cunstancias e, incluso, la resistencia a fatiga es un poco mejor, seguramente debido al efecto de prevención de nucleación superficial de grietas producido por la tensión superficial de compresión

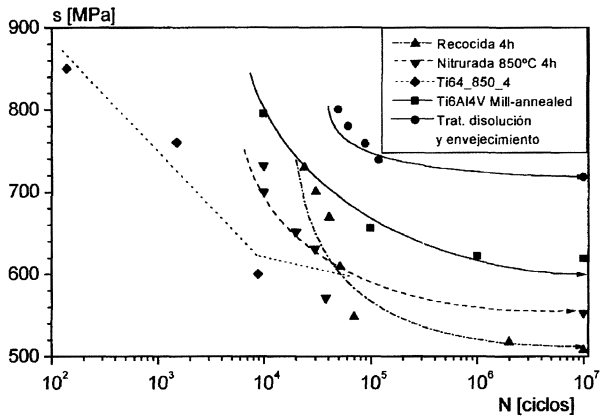


Figura 4. Comparación de resultados de comportamiento a fatiga.

Figure 4. Comparison of fatigue behaviour results.

en la capa de nitruros. Cabe destacar, sin embargo, que el comportamiento a deformación cíclica (fatiga oligocíclica) es peor que en el material tratado térmicamente en las mismas condiciones con una mayor deformación cíclica del material nitrurado para las cargas más elevadas del ensayo.

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 que no se puede explicar por el mecanismo de modificación de la microestructura. La hipótesis más probable es que la reducción de propiedades se deba a la gran diferencia, en módulos de elasticidad, existente entre el Ti6Al4V (100 GPa) y los nitruros de titanio (300–400 GPa)^[4]. Al producirse grandes deformaciones elásticas en el Ti6Al4V, la capa de nitruros se ve sujeta, igualmente, a elevadas deformaciones, lo que, debido a su baja tenacidad, 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 con respecto al material tratado.

La comparación de los resultados de vida a fatiga del Ti6Al4V nitrurado con los que presenta el Ti6Al4V, tras un tratamiento de disolución y envejecimiento^[4], que es el tratamiento térmico con mejores resultados de cara al comportamiento a fatiga es 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 muestra que la reducción de propiedades se debe a un efec-

to sobre la microestructura causado 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.

Es necesario destacar la posibilidad existente de mejorar los valores de vida a fatiga obtenidos mediante diversos tratamientos. Un método a estudiar consistiría en la realización de un tratamiento térmico posterior al tratamiento de nitruración (también en atmósfera de nitrógeno) con el que se obtuviera una microestructura resultante, similar a la obtenida mediante un tratamiento de disolución más envejecimiento ya que así se combinarían las ventajas del tratamiento de nitruración con las excelentes propiedades mecánicas del tratamiento.

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^[5 y 6]. 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, y habría que estudiar el efecto del tratamiento sobre la capa nitrurada.

Las buenas propiedades mostradas por el material nitrurado, junto a su excelente resistencia a la corrosión en medio salino^[7], permiten tantear las aplicaciones del titanio nitrurado en el campo de los biomateriales, principalmente en los implantes y supraestructuras dentales. Éstos son fabricados en titanio y requieren, en algunas ocasiones, una mayor resistencia al desgaste de la que presenta el material no tratado, así como una resistencia mecánica razonable a cargas elevadas.

REFERENCIAS

- [1] J.M. MANERO, Tesis doctoral, Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, 1997.
- [2] E.J. GIL, D. RODRÍGUEZ, E. SÁNCHEZ, J.M. MANERO y J.A. PLANELL, *5th World Biomaterials Congress*, 2, 1996, pp. 477.
- [3] G. WELSH, R. BOYER y E.W. COLLINS, *Handbook of Material Properties: Titanium alloys*, ASM, Ohio, EEUU, 1994.
- [4] H. SHIBATA, K. TOKAJI, T. OGAWA y C. HORI, *Fatigue* 16 (1994) 370-376.
- [5] P.H. MORTON y T. BELL, *Proc. 6th World Conference On Titanium*, Cannes, France, 1988, pp. 1705-1712.
- [6] A. BLOYCE, *Wear protection of titanium alloys; Surface performance of titanium*, ed. ASM-TMS, 1997, pp. 155-169.
- [7] D. RODRÍGUEZ, Tesis doctoral, Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, 2000.