

INFLUENCIA DEL MEDIO SALINO EN EL COMPORTAMIENTO A FATIGA OLIGOCICLICA DE LA ALEACION Ti-6Al-4V

J.M. Manero, F.J. Gil y J.A. Planell
Dept. Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica,
E.T.S. Ingenieros Industriales de Barcelona.
Universidad Politécnica de Cataluña.
Av. Diagonal 647. 08028-Barcelona.

RESUMEN

El presente trabajo estudia el comportamiento a deformación cíclica de la aleación Ti-6Al-4V en solución fisiológica a 37 °C. Se observa mediante microscopía electrónica de barrido el proceso de nucleación y crecimiento de grietas en la microestructura.

Las probetas han sido deformadas cíclicamente a tracción-compresión bajo control de deformación $R_\epsilon = -1$ y una velocidad de deformación de $\pm 6.5 \times 10^{-2}$. La amplitud de deformación utilizada fue de $\pm 7 \times 10^{-3}$, aunque se trabajó también con amplitud de $\pm 12 \times 10^{-3}$.

Se han realizado ensayos hasta rotura, así como ensayos a un menor número de ciclos en orden a detectar la nucleación de grietas y seguir su posterior crecimiento.

Los resultados experimentales muestran reblandecimiento cíclico desde los primeros ciclos hasta fractura. Se observa que la nucleación de las grietas es sensible a la microestructura del material, y que el efecto del medio es el de reducir el número de ciclos a fractura en función de la amplitud de deformación utilizada.

ABSTRACT

The cyclic deformation behaviour of Ti-6Al-4V alloy in physiological solution up to fracture, and the crack nucleation mechanisms have been studied.

The fatigue specimens have been cyclically deformed in tension-compression under strain strain control $R_\epsilon = -1$ at a constant strain rate of $\pm 6.5 \times 10^{-3}$. The total strain amplitudes investigated were $\pm 7 \times 10^{-3}$ and $\pm 12.10^{-3}$. Tests were carried out at 37°C in saline solution environment.

The results show that cyclic softening takes place along the whole life of the specimens. Crack nucleation is depends on the microstructure of the material, and the effect of corrosion reduces the number of cycles to failure. Scanning electron microscopy observations show that if the α/β interfaces play an important role as crack nucleation sites.

INTRODUCCION

Los materiales utilizados en implantes esqueléticos deben tener una buena respuesta mecánica: ser resistentes, tener una larga vida a fatiga, alta tenacidad en un ambiente corrosivo y a la temperatura corporal. Las aleaciones de titanio son cada vez más utilizadas, ya que además de su buen comportamiento mecánico, presentan una excelente

biocompatibilidad, resistencia a la corrosión y baja densidad.

Entre el 5 y 10% de los fallos que presentan los implantes son debidos a problemas de fatiga o corrosión-fatiga. Se han realizado estudios comparativos de resistencia a la corrosión-fatiga entre las tres aleaciones más ampliamente usadas en implantes esqueléticos: acero inoxidable 316L,

aleaciones de Cr-Co-Mo y la aleación Ti-6Al-4V en solución fisiológica de Ringer y a 37°C. Los resultados muestran que la aleación de titanio es la de que tiene una mayor resistencia a la corrosión-fatiga, seguida del acero inoxidable y las aleaciones de Cr-Co-Mo (1).

La aleación Ti-6Al-4V estudiada en este trabajo es una aleación alfa-beta susceptible de transformaciones en estado sólido mediante tratamiento térmico y/o conformadas en un amplio rango de condiciones que da lugar a diferentes microestructuras que corresponderán a distintas propiedades.

La aleación Ti-6Al-4V original, después de un recocido contra la acritud, presenta una microestructura denominada "mill annealed", constituida por granos equiaxiales de fase α rodeados por placas de Widmanstätten α envueltas por fase β no transformada.

Cuando el tratamiento térmico se realiza a temperaturas superiores a la β -transus ($T=1040^{\circ}\text{C}$) y con enfriamiento en el interior del horno se obtiene una microestructura que se denomina "basket weave", formada por placas de Widmanstätten de fase α empaquetadas en una matriz de fase β (2-3).

La resistencia mecánica obtenida en el tratamiento térmico en fase β es ligeramente inferior que el proporcionado por un recocido contra acritud debido al gran tamaño de los granos obtenidos (4). El recocido en β produce un límite de fatiga y una tenacidad a la fractura más elevadas, debido a que aunque la resistencia a la iniciación de la grieta es menor, su propagación es más lenta, al tener que ir bordeando la grieta las colonias de placas de fase α . El comportamiento a fatiga a bajos ciclos de la aleación recocida en β es inferior (2-3).

METODO EXPERIMENTAL

Se ha partido para este estudio de una aleación de Ti-6Al-4V forjada a 950°C y posteriormente recocida a 700°C durante dos horas y enfriada al aire. La microestructura que presenta es "mill annealed". Tanto la composición química como la metalografía, cumple la norma ASTM F136-84 para el Ti-6Al-4V forjado para aplicaciones quirúrgicas.

Se mecanizaron probetas de fatiga con esta microestructura y a una parte de ellas se les realizó un tratamiento térmico a 1040°C , temperatura superior a la β transus con enfriamiento en el interior del horno. Este tratamiento térmico se realizó en un

horno tubular en atmósfera de Argón con el fin de proteger a la aleación de titanio de la incorporación a su estructura de elementos intersticiales, especialmente el oxígeno. Este tratamiento térmico proporciona a las probetas una microestructura de placas de Widmanstätten α .

Las probetas se pulieron superficialmente y se atacaron con una mezcla de ácidos nítrico y fluorhídrico en disolución acuosa. Estas probetas se sometieron a ensayos de deformación cíclica de tracción-compresión en una máquina servohidráulica de 100KN de capacidad bajo un control de deformación de $R_{\epsilon}=-1$. La velocidad de deformación en todos los ensayos fue de $6.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Las amplitudes de deformación estudiadas fueron de $\pm 7 \times 10^{-3}$ y $\pm 12 \times 10^{-3}$. Las probetas se ensayaron en aire y en medio salino a 37°C . Para este último caso fue necesario un baño termostático con circuito cerrado de disolución salina a 37°C y un extensómetro sumergible. El dispositivo experimental puede observarse en la Figura 1.

Las probetas se ensayaron a diferentes números de ciclos con el fin de observar la propagación de las grietas y evaluar el número de ciclos necesario para la nucleación de las grietas. Asimismo, se llevaron para cada amplitud de deformación al menos dos probetas a rotura.

Mediante microscopía electrónica de barrido se realizaron los estudios fractográficos y la observación de las grietas en la superficies de las probetas ensayadas para cada amplitud de deformación.

RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSION

Las dos microestructuras ensayadas presentan saturación o reblandecimiento cíclico para la amplitud de deformación más estudiada $\pm 7 \times 10^{-3}$. Las Figuras 2 y 3 muestran las curvas de reblandecimiento cíclico obtenidas en aire y en medio salino, para las microestructuras mill annealed y Widmanstätten, respectivamente. En los dos o tres primeros ciclos, el material se endurece, ya que las tensiones aplicadas son superiores al límite de proporcionalidad de la aleación y por tanto hay una creación de dislocaciones en la estructura. En los siguientes ciclos, se produce el reblandecimiento hasta la rotura.

Los valores de saturación son para la microestructura "mill annealed" de 685 y 675 MPa, para los ensayos realizados al aire y en medio fisiológico a 37°C . Para la microestructura de Widmanstätten las tensiones de saturación corresponden a 695 y 680 MPa, para cada

uno de los ensayos. En las dos microestructuras ensayadas se aprecian, valores ligeramente superiores para la ensayada en aire respecto a la ensayada en medio salino. Estas tensiones de saturación son semejantes entre las microestructuras, aunque de los diagramas se desprende que la microestructura "mill annealed" presenta una mayor tasa de reblandecimiento cíclico que la microestructura de Widmanstatten; este hecho se está estudiando en microscopía electrónica de transmisión. Estos resultados parecen justificarse principalmente por la existencia en los granos α de dislocaciones helicoidales $\vec{c}+\vec{a}$ ($\vec{b}=1/3 \langle 11\bar{2}3 \rangle$) de gran movilidad, dada la posibilidad de deslizamiento cruzado en planos piramidales $\{1\bar{1}01\}$.

En las tablas I y II se presentan el número de ciclos a fractura y la deformación plástica acumulada de cada una de las microestructuras.

Tabla I. Número de ciclos a fractura y deformación plástica acumulada para la microestructura "mill annealed" ensayada en aire y en medio salino a 37°C.

	Aire	Medio Salino
N_f	9495	6100
E_t	10.4	3.07

Tabla II. Número de ciclos a fractura y deformación plástica acumulada para la microestructura Widmanstatten α , ensayada en aire y en medio salino a 37°C.

	Aire	Medio Salino
N_f	2700	1200
E_t	3.8	1.1

Se puede apreciar de los resultados de las tablas anteriores que el número de ciclos a rotura para la amplitud de deformación de $\pm 7 \times 10^{-3}$ es siempre superior en el ensayo realizado en aire que en medio fisiológico a 37°C; y en todos los casos en medio salino la rotura se produce a una menor deformación plástica acumulada. En ambas microestructuras se aprecia que las probetas ensayadas en medio salino rompen aproximadamente a una deformación plástica acumulada tres veces menor que la correspondiente al ensayo realizado en aire.

Este hecho no se ha observado cuando el material ha sido ensayado a amplitudes de deformación de $\pm 12 \times 10^{-3}$, puesto que probetas en ambos medios rompen a números de ciclos muy similares (450 y 500

ciclos). La interpretación es que la amplitud de deformación es tan elevada, por encima del límite elástico del material, que el efecto corrosivo queda enmascarado.

La nucleación de grietas en el material "mill annealed" ensayado en aire, se produce principalmente en el interior de los granos de fase α , como puede observarse en la Figura 4. Este hecho está de acuerdo con los resultados de Benson et al. (7) que han determinado una tensión de activación alrededor de 800 MPa para la formación de bandas de deslizamiento, en los granos de α . Esto explica el que a este nivel de tensión la grieta nuclea en granos α . El inicio pasa a ser en las interfaces α/β a menores tensiones y por tanto a menores amplitudes de deformación.

En el material "mill annealed" ensayado en medio fisiológico, se aprecia un mecanismo análogo, aunque las picaduras producidas por el medio corrosivo actúan como nucleadores de grietas en las zonas donde hay una mayor deformación.

En el caso del material tratado térmicamente en β y ensayado en aire se puede comprobar que la nucleación de las grietas se produce a lo largo de las intercaras $\alpha-\beta$ y a través de ellas, como se puede apreciar en la Figura 5, tal como ha sido ya descrito (8). En las probetas ensayadas en aire, se pueden observar bandas de deslizamiento perpendiculares a las placas de Widmanstatten α . La densidad de estas bandas aumenta a medida que aumentan las amplitudes de deformación y se aprecia que a la amplitud estudiada en el presente trabajo había grietas a través de las placas, generadas en estas bandas de deslizamiento y a lo largo de las intercaras α/β .

Sin embargo, se ha observado que en las probetas ensayadas en medio fisiológico a 37°C, todas las grietas están situadas a lo largo de las intercaras. Esto se debe a que se ha producido una interfase FCC correspondiente a hidruros, entre la fase Widmanstatten α y la fase β residual, que han sido caracterizados mediante microscopía electrónica de transmisión. Es esta fase la que produce la fragilidad del material, dando lugar a la rotura por descohesión de placas.

La formación de estos hidruros se ve favorecida al realizar el ensayo en disolución acuosa. Además la temperatura ayuda a la difusión del hidrógeno hacia la interfase. La presencia de dislocaciones en las interfases α/β favorece la acomodación de los hidruros, puesto que la precipitación de éstos comporta una expansión de volumen del 17%.

Esta fase ha sido estudiada mediante microscopía electrónica de transmisión y se muestra en la Figura 6 (9-10).

De las observaciones por microscopía electrónica, se puede afirmar que los lugares más importantes para la nucleación de grietas son las interfaces α/β . Así las microestructuras "mill annealed", que tienen una menor superficie de interfaz α/β , serán aquellas en las que la grieta nucleará a mayor número de ciclos y por tanto tendrán también una vida a fatiga más larga que los materiales con microestructura de placas de Widmanstätten α .

Los estudios fractográficos muestran que la superficie de rotura "mill annealed", tanto ensayada en aire como en medio fisiológico a 37°C, está muy dañada (Figura 7). El ensayo tracción-compresión da lugar a un considerable aplastamiento de las superficies de fractura. La propagación no ha sido sensible con la microestructura del material. Aparecen grietas secundarias perpendiculares a la dirección de avance de grieta, con pequeñas regiones estriadas.

Sin embargo, en las estructuras tratadas térmicamente, se aprecia una gran sensibilidad con la microestructura de las placas de Widmanstätten α . En muchos casos, se observa que la fractura se ha producido por descohesión entre placas, especialmente en la microestructura ensayada en medio fisiológico. Este hecho también corrobora que la fase de hidruros es fragilizante y es por las interfaces por donde las grietas se propagan. En la Figura 8 puede observarse esta sensibilidad con la microestructura.

La observación de la nucleación de grietas y su propagación en los materiales ensayados en medio salino, se ve muy dificultada, ya que las grietas quedan camufladas por el ataque del medio y por los productos de corrosión.

Esta propagación de grietas en el caso de las probetas con microestructura Widmanstätten α , es lo que explica que la velocidad de propagación de grietas sea más lenta en esta microestructura que en la "mill annealed".

En la actualidad se están realizando ensayos tendientes a determinar la deformación plástica acumulada necesaria para la nucleación de grietas en cada material y en cada medio.

CONCLUSIONES

1. Para amplitudes de deformación de $\pm 7 \times 10^{-3}$ el medio fisiológico disminuye la vida a fatiga

oligocíclica, con una deformación plástica acumulada inferior a las ensayadas en aire.

2. Para amplitudes de $\pm 12 \times 10^{-3}$, no se observa este efecto debido a los elevados valores de deformación plástica a las que es sometida la muestra, quedando enmascarado el efecto de la corrosión.

3. Para todos los ensayos realizados la microestructura "mill annealed" tiene una vida a fatiga mayor que la microestructura de placas de Widmanstätten. Una de las causas del comportamiento de esta segunda microestructura, es la formación de capas de hidruro de titanio que se sitúan en las interfaces α/β , creando caminos fáciles de propagación de grietas.

4. Los estudios fractográficos corroboran este mecanismo, ya que en las fracturas de las probetas tratadas a temperaturas superiores a la β transus se aprecian las descohesiones entre placas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida de la CICYT a través del proyecto MAT90-0755 y a la Universidad Politécnica de Cataluña por el proyecto PR9122, así como a la Sra. Montserrat Marsal por la ayuda prestada en microscopía electrónica de barrido.

REFERENCIAS

1. Imam M.A., Fraker A.C., Gilmore C.M. "Corrosion fatigue of 316L stainless steel, Co-Cr-Mo alloy, and ELI Ti-6Al-4V" en "Corrosion and degradation of implant materials". (Eds. Syrett y Acharya). ASTM STP 684. Baltimore. pp. 128-143. (1979).
2. Polmear I.J. "Light alloys. Metallurgy of the Light metals". Ed. Arnold. (1981).
3. Collings E.W. "The physical metallurgy of Titanium alloys". American Society for Metals. Ohio. (1984).
4. Gil F.J. y Planell J.A., "Growth order and activation energies for grain growth of Ti-6Al-4V alloy in β phase". Scripta Met. et Mater 25, 311-317 (1991).
5. Williams J.C., Chesnutt J.C., Thompson A.W. "The effects of microstructure on ductility and fracture toughness of $\alpha+\beta$ titanium alloys", en Microstructure fracture toughness and fatigue crack growth rate in titanium alloys. Eds. A.K.Chakerabay y S.C.Chesnutt. ASM, 255 (1987).

6. Gil F.J., Marsal M. y Planell J.A. "Influencia del tratamiento térmico sobre la nucleación y propagación de grietas por deformación cíclica en la aleación Ti-6Al-4V". Anales de Mecánica de la Fractura. 9 159-164 (1992).

7. Benson D.K., Grosskreutz J.C. y Shaw G.G. Met. Trans. 3A, 1239-1248 (1972).

8. Gil F.J., Marsal M., Anglada M. y Planell J.A. "Efecto de la microestructura sobre la nucleación y propagación de grietas por deformación cíclica en la aleación Ti-6Al-4V". IV Congreso Nacional de Tratamientos Térmicos. Zaragoza (1990) 23-30.

9. Manero J.M., Gil F.J. y Planell J.A. "Naturaleza de la fase IFP de la aleación Ti-6Al-4V tratada térmicamente". Libro de la IV Reunión Nacional de Materiales. 187-188, (1993).

10. Manero J.M., Ginebra M.P., Fernández E., Gil F.J. y Planell J.A. "Estudi mitjançant microscòpia electrònica de transmissió de la interfase IFP en l'aliatge Ti-6Al-4V tractat tèrmicament". Trobades científiques de la Mediterrània. Tècniques Físiques de caracterització i Anàlisi. (1993). En prensa.

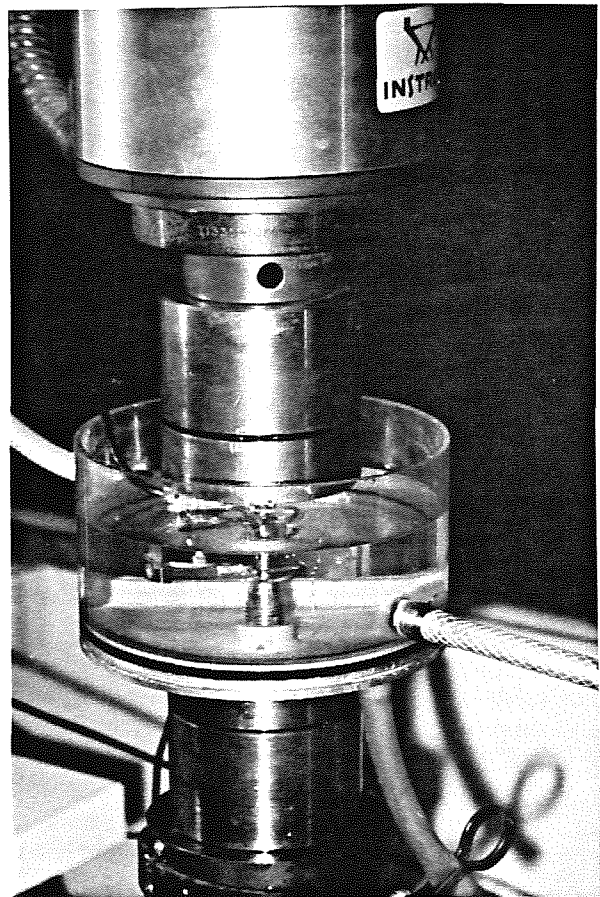


Fig.1. Dispositivo experimental utilizado.

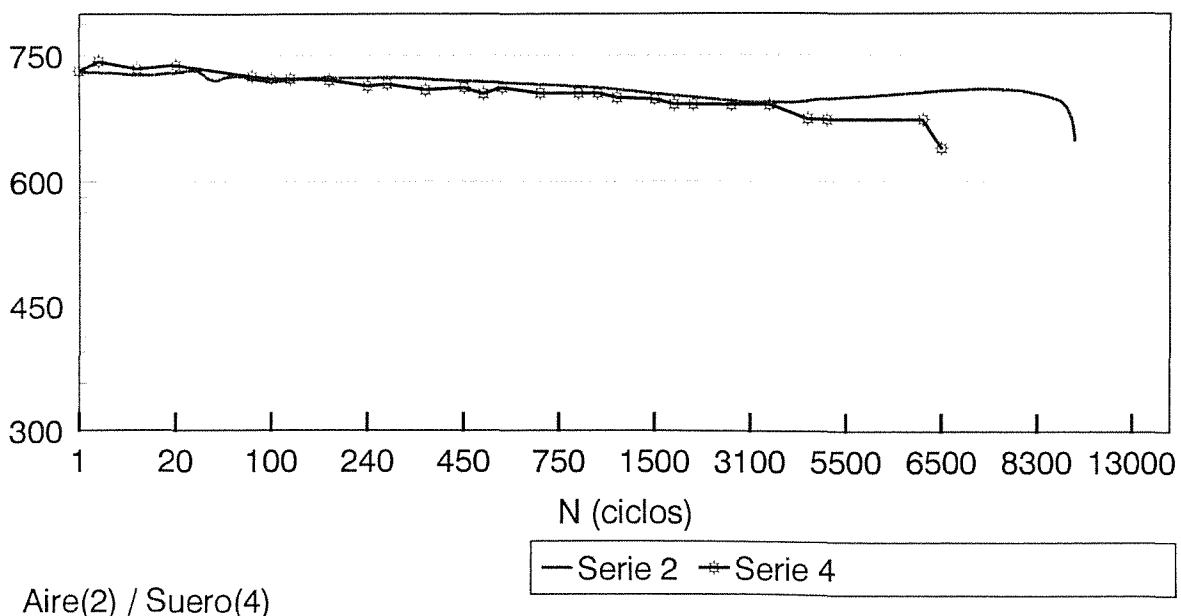


Fig.2. Curvas de reblandecimiento cíclico para las microestructuras "mill annelaed" ensayadas a una amplitud de deformación de $\pm 7 \times 10^{-3}$

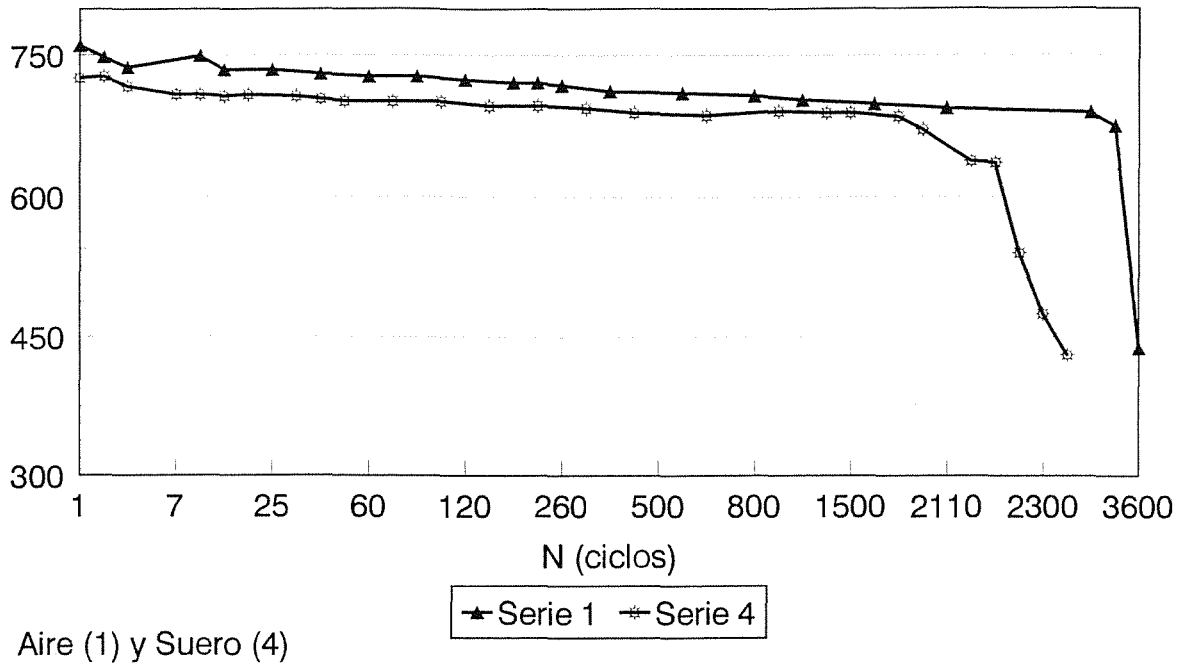


Fig.3. Curvas de reblandecimiento cíclico para las microestructuras de placas α de Widmanstatten ensayadas a una amplitud de $\pm 7 \times 10^{-3}$.

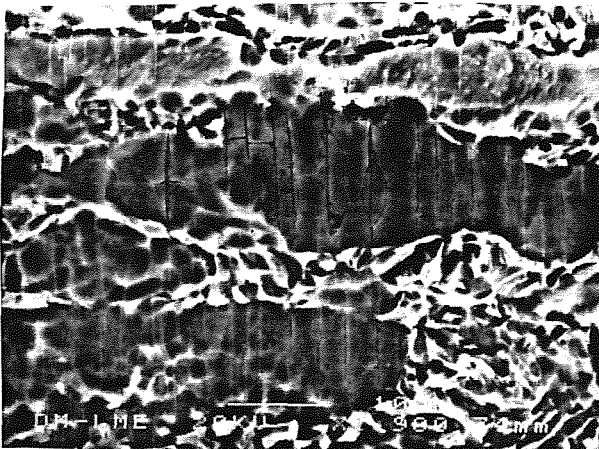


Fig.4. Grietas en el interior de los granos α de la estructura "mill annealed".

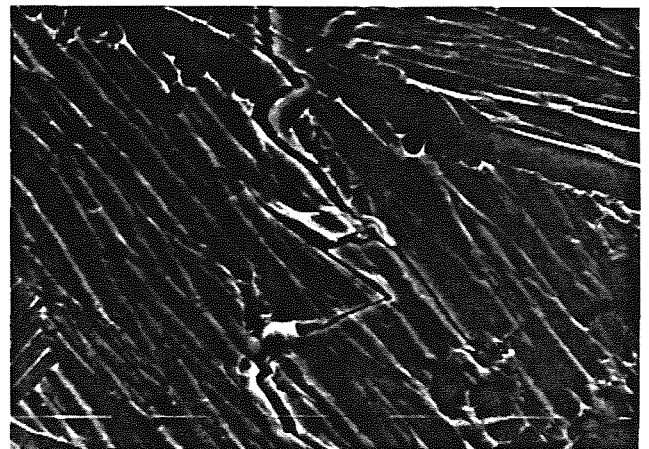


Fig.5. Grietas a lo largo y a través de placas de Widmanstatten del material tratado térmicamente.

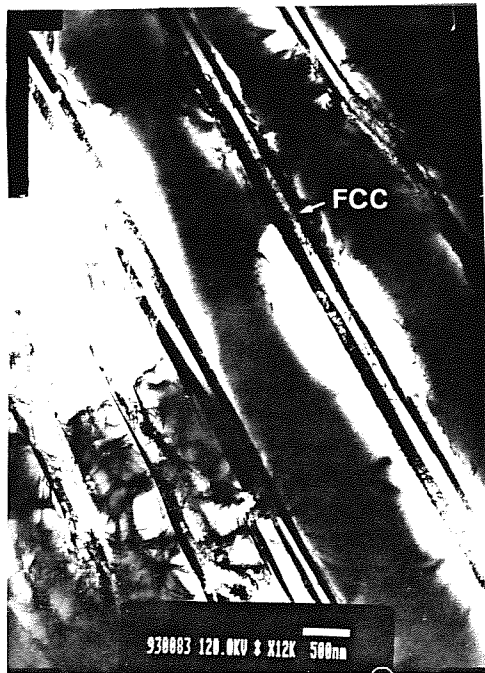


Fig. 6. Hidruros de Titanio en la interfase α/β . Eje de zona $[11\bar{2}3]$



Fig.8. Superficie de fractura de la estructura de placas de Widmanstätten ensayada en medio fisiológico.

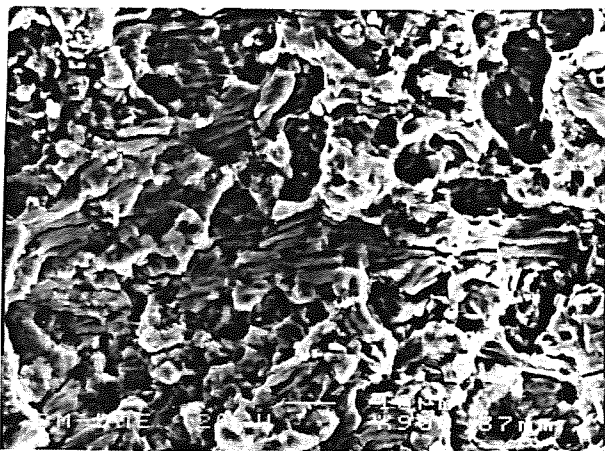


Fig.7. Superficie de fractura de la microestructura "mill annealed" ensayada en medio fisiológico.