



UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA



ESCUELA TÉCNICA  
SUPERIOR INGENIEROS  
INDUSTRIALES VALENCIA

**TRABAJO FIN DE GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA**

**CARACTERIZACIÓN DE UNA ALEACIÓN  
Ti6Al4V OBTENIDA MEDIANTE ELECTRON  
BEAM MELTING Y SU EVOLUCIÓN CON  
POSTERIORES TRATAMIENTOS TÉRMICOS  
PARA MEJORAR LAS PROPIEDADES  
MECÁNICAS.**

AUTOR: DAVID ORTIZ AZAGRA

TUTOR: ENRIQUE GIMÉNEZ TORRES

COTUTOR: RUBÉN NIÑEROLA GONZÁLEZ

**Curso Académico: 2017-18**

---



## **AGRADECIMIENTOS**

“A mi familia, a mi mujer Sandra, a mis hijos Juan, David, Javier, Manuel, Francisco, Ignacio y Marcos, que me han sostenido en momentos complicados.”

“A mi tutor Enrique por aceptar mi solicitud, y a Rubén, quien me dio la oportunidad para desarrollar este proyecto, y a Elkin, que me dio una motivación especial.”

“Al Instituto Valenciano de la Competitividad Empresarial (IVACE) por su financiación a AIDIMME a través del proyecto TIFANI mediante la convocatoria ANE 2016 y número de expediente IMAMCC-2016-1”

“A todas las personas que, de una manera u otra, me han permitido llegar hasta esta meta, en particular a José Antonio Mendoza y a todos los profesores de la titulación.”



## **RESUMEN**

En el presente Trabajo Fin de Grado se ha llevado a cabo la caracterización de una aleación de Titanio (Ti6Al4V), obtenida mediante la tecnología de fabricación aditiva EBM – Electron Beam Melting – así como diversos tratamientos térmicos para mejorar sus propiedades mecánicas.

El principal objetivo que se ha perseguido con este trabajo ha sido intentar reducir la anisotropía de las piezas obtenidas mediante fabricación aditiva, con el fin de mejorar las propiedades mecánicas de estas aleaciones y hacerlas competitivas, desde el punto de vista tecnológico y económico, en comparación con las piezas obtenidas por métodos metalúrgicos tales como colada de metal fundido.

Al finalizar el trabajo, se ha podido comprobar cómo, mediante un tratamiento térmico a temperaturas superiores a la temperatura de inicio de la transformación alotrópica, se consigue reducir considerablemente la anisotropía de las aleaciones fabricadas mediante tecnología de fabricación aditiva.

Este avance permitirá el desarrollo de piezas de elevado componente tecnológico de interés en sectores estratégicos tales como el médico y aeronáutico, donde es viable la fabricación de series cortas de piezas o incluso de forma exclusiva, con total garantía de repetitividad de resultados y a un coste competitivo.

**Palabras Clave:** Titanio, Ti6Al4V, Electron Beam Melting, Fabricación aditiva, anisotropía,  $\beta$ -transus, temperatura de transformación alotrópica.

## RESUM

En el present Treball Final de Grau s'ha caracteritzat una al·leació de Titani (Ti6Al4V), obtinguda mitjançant la tecnologia de fabricació additiva EBM – Electron Beam Melting – així com diversos tractaments tèrmics per a millorar les seues propietats mecàniques.

El principal objectiu d'aquest treball ha sigut intentar reduir la anisotropia del objectes obtinguts mitjançant la fabricació additiva, amb la finalitat de millorar les propietat mecàniques d'aquestes al·leacions i fer-les més competitives, des d'un punt de vista tecnològic i econòmic, en comparació amb les al·leacions fabricades mitjançant mètodes metal·lúrgics.

A la finalització d'aquest treball, s'ha pogut comprovar de quina manera, mitjançant un tractament tèrmic a temperatures superiors a la temperatura de inici de la transformació alotròpica, es pot reduir considerablement la anisotropia de les al·leacions obtingudes mitjançant tecnologies de fabricació additiva.

Aquest avanç permetrà el desenvolupament d'articles de elevat component tecnològic, per als sectors mèdics i aeronàutics, a preus molt competitius, en fabricacions curtes o inclòs de manera exclusiva i amb total garantia de repetitivitat de resultats.

**Paraules clau:** Titani, Ti6Al4V, Electron Beam Melting, fabricació additiva, anisotropia,  $\beta$ -transus, temperatura de transformació alotròpica.

## **ABSTRACT**

In the present PFG has been characterized of a titanium alloy (Ti6Al4V), obtained by the additive manufacturing technology EBM - Electron Beam Melting - as well as various thermal treatments to improve its mechanical properties.

The main objective has been to try to reduce the anisotropy of objects obtained by additive manufacture technology, in order to improve the mechanical properties of these alloys and to make them competitive, from the technical and economical point of view, in comparison with those obtained by metallurgical methods.

At the end of this work, it has been possible to verify how, the anisotropy of the alloys obtained by additive manufacturing technology, can be considerably reduced by means of a heat treatment at temperatures above the initial temperature of allotropic transformation.

This advance will allow the development of high technological component parts, for the medical an aeronautical sectors, at very competitive prices, in very short or even exclusive manufacturing and with total guarantee of repeatability of results.

**Keywords:** Titanium, Ti6Al4V, Electron Beam Melting, additive manufacturing, anysotropy,  $\beta$ -transus, allotropic transformation temperature.





# ÍNDICE

## Contenido

1	INTRODUCCIÓN .....	13
1.1	Características físico-químicas y microestructurales del Titanio .....	13
1.1.1	Propiedades químicas .....	13
1.1.2	Aleaciones del Titanio .....	14
1.1.3	Microestructuras del Ti6Al4V .....	17
1.1.4	Aplicaciones de las aleaciones de Titanio [5] .....	19
1.2	Tecnologías de Fabricación Aditiva [6].....	21
1.3	Parámetros de proceso. ....	23
1.3.1	Velocidad de pasada del haz. ....	23
1.3.2	Potencia del haz de electrones. ....	24
1.3.3	Diámetro del foco.....	24
1.3.4	Separación entre haces .....	24
1.3.5	Ordenación de los haces durante el precalentamiento .....	24
2	OBJETIVOS DEL TRABAJO .....	29
3	PLAN DE TRABAJO .....	33
3.1	Obtención de muestras.....	33
3.2	Selección de tratamientos térmicos.....	33
3.3	Caracterización de materiales.....	33
3.4	Selección de la aleación con mejor balance de propiedades.....	34
4	MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES .....	37
4.1	Materiales .....	37
4.2	Técnicas experimentales .....	37
4.2.1	Dilatometría lineal.....	37
4.2.2	Estudio metalográfico .....	39
4.2.3	Ensayos de compresión.....	42
4.2.4	Ensayos de dureza .....	43

Caracterización de una aleación Ti6Al4V obtenida mediante Electron Beam Melting.  
Tratamientos Térmicos para la mejora de las propiedades mecánicas.

---

5	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	47
5.1	Obtención y preparación de muestras.....	47
5.2	Selección de las temperaturas y aplicación de tratamientos térmicos. ....	47
5.2.1	Secuencia de aplicación del tratamiento térmico.....	49
5.3	Caracterización microestructural .....	49
5.3.1	Microestructura aleación Ti6Al4V en estado de fabricación .....	50
5.3.2	Microestructura aleación Ti6Al4V con diferentes tratamiento térmicos .....	50
5.3.3	Tamaño de grano .....	51
5.3.4	Borde de grano.....	52
5.3.5	Colonias alfa .....	53
5.3.6	Placas alfa.....	55
5.4	Caracterización mecánica.....	56
5.5	Selección del tratamiento térmico.....	59
6	CONCLUSIONES .....	63
7	PRESUPUESTO .....	67
8	APLICACIONES .....	71
9	REFERENCIAS.....	75

# INTRODUCCIÓN



## 1 INTRODUCCIÓN

### 1.1 Características físico-químicas y microestructurales del Titanio

#### 1.1.1 Propiedades químicas

El Titanio (Ti) es el noveno elemento más abundante de la corteza terrestre. Es un metal de transición, como el hierro, el níquel o el cobalto, de color blanco. Su estructura electrónica presenta una capa *d* incompleta ( $3d^24s^2$ ), lo que le permite formar soluciones sólidas por sustitución o inserción de otros elementos.

El Titanio es un metal de baja densidad ( $4,511 \text{ g/cm}^3$ ) si lo comparamos con otros metales o aleaciones. La figura 1 muestra la densidad del titanio en comparación con otros metales.

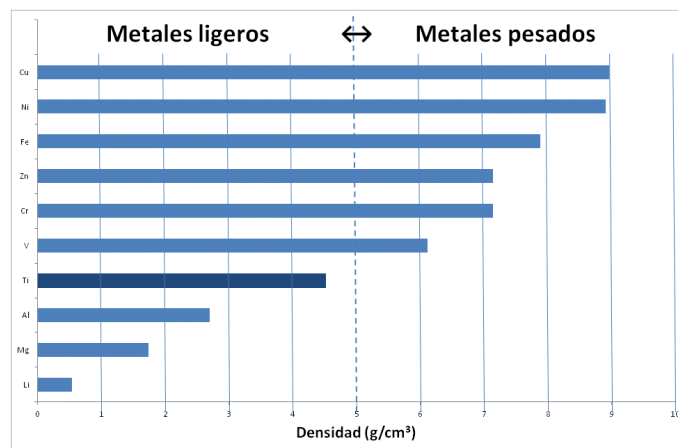


Fig. 1. Clasificación de metales en función de su densidad.

Presenta una gran resistencia a la corrosión, aunque a elevadas temperaturas –por encima de los  $600^\circ\text{C}$ - presenta gran reactividad con algunos elementos tales como el oxígeno, nitrógeno, hidrógeno y carbono. En el caso particular del hidrógeno, su reactividad puede afectar de forma negativa a su comportamiento en servicio ya que produce fragilidad en el material al introducirse en la red cristalina del metal y formar hidruros [1].

Otra característica significativa es su elevado punto de fusión ( $1.668^\circ\text{C}$ ), en comparación con otros metales o aleaciones de uso ingenieril, tal y como se muestra en la figura 2. Solamente el cromo y el vanadio presentan un punto de fusión más elevado.

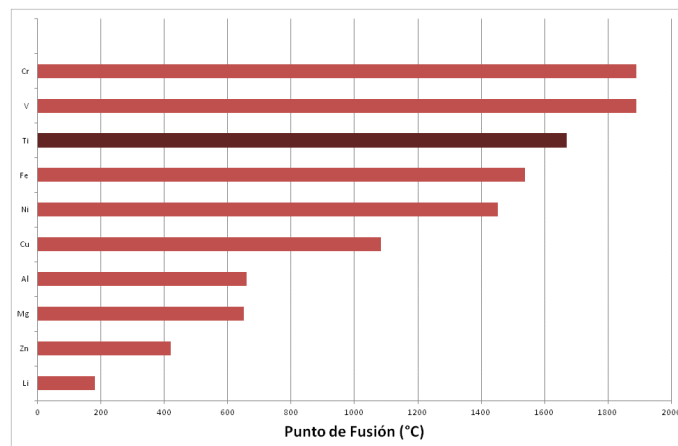


Fig. 2. Clasificación de metales puros en función de su punto de fusión.

Además, de su ligereza y alto punto de fusión, posee bajos valores de calor específico, coeficiente de dilatación y conductividad térmica.

Pese a que no es tan ligero como el aluminio, ya que su densidad es de  $4,51 \text{ g/cm}^3$ , casi el doble que para el aluminio, se ha clasificado como metal ligero, debido a su excelente relación entre resistencia mecánica/densidad. Sin embargo, debido a su elevado coste, se destina solamente a aplicaciones muy específicas y de elevado valor añadido. Este coste es debido principalmente a su gran reactividad con el oxígeno que hace necesario trabajar en condiciones de vacío o atmósfera inerte durante las operaciones de extracción y procesado. Por otra parte, su gran reactividad con el oxígeno permite la formación inmediata de una capa protectora adherente de  $\text{TiO}_2$  cuando se expone al aire, confiriéndole una excelente resistencia a la corrosión y a la contaminación en diferentes medios agresivos, especialmente en medios ácidos acuosos.

A temperaturas medias, hasta  $600^\circ\text{C}$ , el titanio presenta más ventajas que el aluminio en aplicaciones de bajo peso, debido a sus mejores características mecánicas. Sin embargo, por encima de los  $600^\circ\text{C}$ , se produce la difusión del oxígeno a través de la capa de  $\text{TiO}_2$  que protege la superficie del metal, lo que causa un crecimiento excesivo de la capa de óxido y una fragilización de las capas adyacentes, muy ricas en oxígeno [2][3].

En la Tabla 1 se describen las principales características y propiedades físicas del titanio.

Tabla 1. Principales características del titanio.

Número atómico	22
Peso atómico	47,88 g/mol
Valencia	2, 3, 4
Volumen atómico	$10,6 \text{ cm}^3/\text{mol}$
Radio covalente	$1,32 \text{ \AA}$
Densidad ( $\rho$ )	$4,51 \text{ g/cm}^3$
Punto de fusión	$1668 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$
Punto de ebullición	$3260 \text{ }^\circ\text{C}$
Calor específico (c)	$521 \pm 3 \text{ J/Kg}\cdot\text{K}$
Conductividad térmica ( $\lambda$ )	$17 \pm 5 \text{ W/m}\cdot\text{K}$
Coeficiente de dilatación ( $\alpha$ )	$8,52 \pm 0,16 \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$
Dureza	85-100 HV
Resistencia a la tracción ( $\sigma_{\text{max}}$ )	240 MPa
Módulo elástico (E)	$115 \pm 7 \text{ GPa}$
Límite elástico ( $\sigma_e$ )	170 MPa
Coeficiente de Poisson ( $\nu$ )	0,33 – 0,361
Estructura cristalina	$\alpha$ (HCP) para $t < 882 \text{ }^\circ\text{C}$ $\beta$ (BCC) para $t > 882 \text{ }^\circ\text{C}$
Temperatura de transición $\alpha$ - $\beta$	$882 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$

### 1.1.2 Aleaciones del Titanio

El Titanio presenta una transformación alotrópica a  $882 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ , pasando de una estructura hexagonal compacta (fase  $\alpha$ ) a una estructura cúbica centrada en las caras (fase  $\beta$ ). La figura 3 muestra las características principales de la red cristalina del titanio en fase  $\alpha$  y fase  $\beta$ .

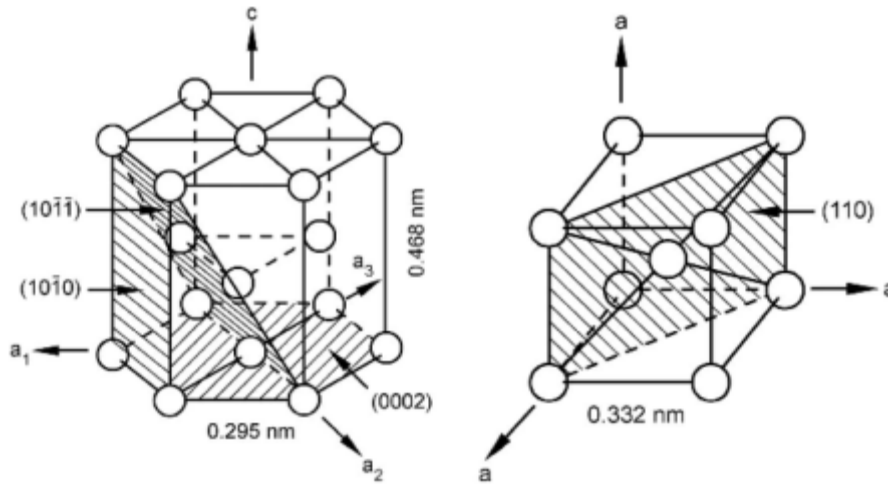


Fig. 3. Estructura cristalina del Titanio. a) fase  $\alpha$ . Hexagonal Compacta (HCP), b) fase  $\beta$ : Cúbica centrada en el cuerpo (BCC). [2][3]

Dependiendo de los elementos aleantes que se introduzcan en la red, se pueden obtener microestructuras  $\alpha$ ,  $\beta$  ó bifásica  $\alpha/\beta$ . Las microestructuras  $\alpha/\beta$  se dividen, a su vez, en rico- $\alpha$ , cuando la microestructura es mayoritariamente  $\alpha$ , y rico- $\beta$ , cuando la microestructura de la aleación es mayoritariamente  $\beta$ . Los diagramas de equilibrio entre fases dependerán del tipo de aleación de titanio, y se muestran esquemáticamente en la figura 4.

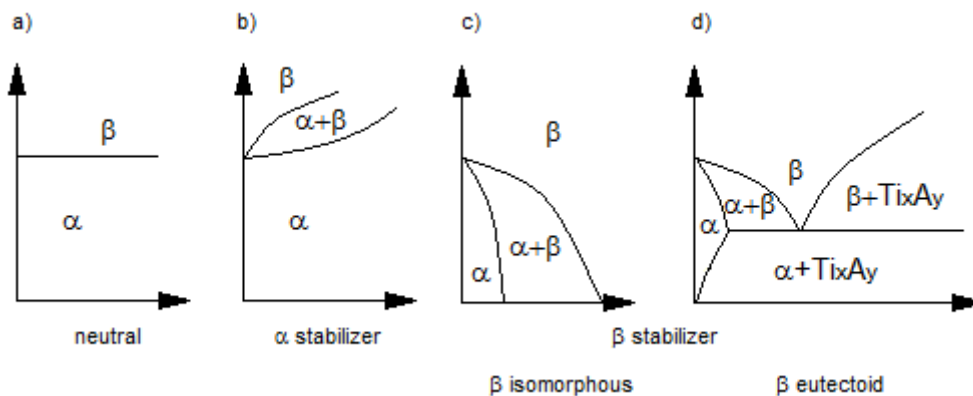


Fig. 4. Diagramas de equilibrio en función de los elementos de aleación. [3]

### 1.1.2.1 Aleaciones $\alpha$ y rico- $\alpha$

Los elementos químicos con menos de cuatro electrones de enlace por átomo tienden a alearse con el titanio, estabilizando la fase  $\alpha$ , y aumentando la temperatura de transformación alotrópica (fig 4.b). A este grupo de elementos pertenece el **aluminio** y el galio. Por ello, el aluminio representa el elemento de aleación alfégeno más empleado comercialmente. La figura 5 muestra el diagrama de fases Ti-Al, donde se puede observar cómo, a medida que aumenta la concentración de aluminio, aumenta también la temperatura de transformación alotrópica.

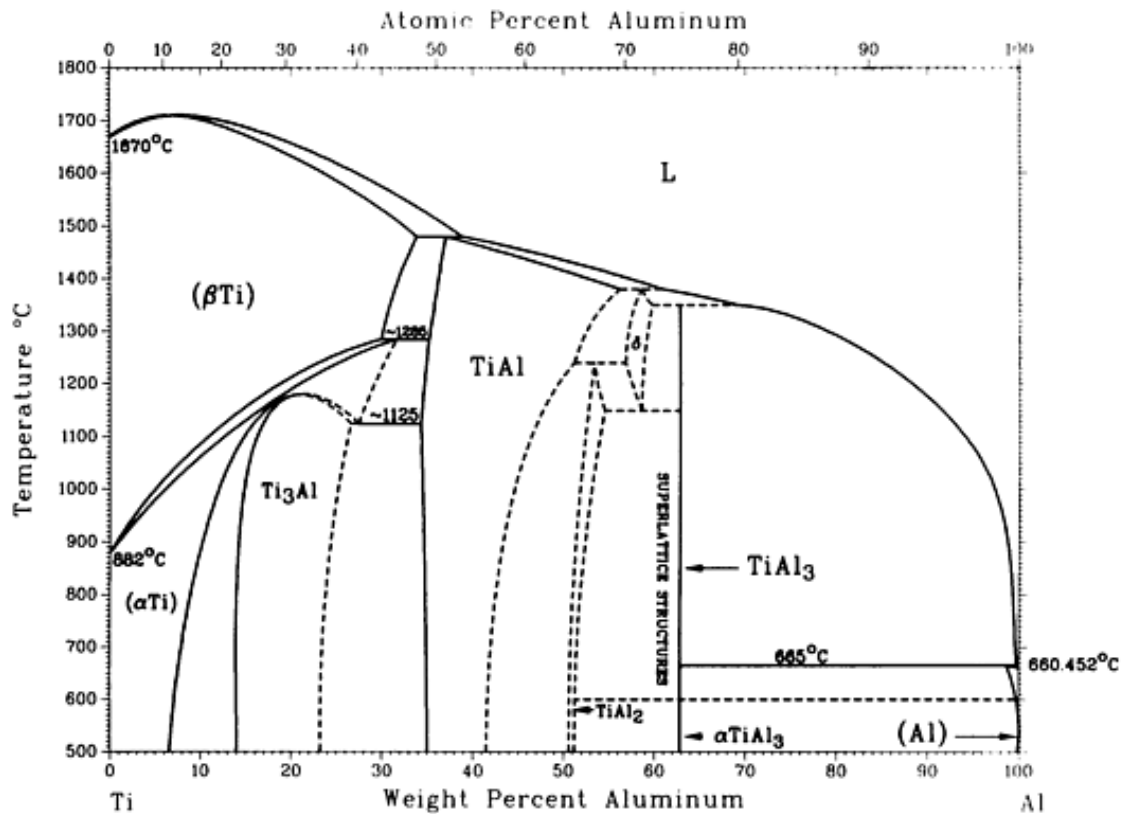


Fig. 5. Diagrama de fase de Ti-Al [3].

### 1.1.2.2 Aleaciones $\alpha$ - $\beta$

Los elementos químicos con más de cuatro electrones de enlace por átomo tienden a alearse con el titanio, estabilizando la fase  $\beta$ , y disminuyendo la temperatura de transformación alotrópica (fig 4 c y d). A este grupo de elementos pertenece el **vanadio**, molibdeno, wolframio, niobio, entre otros.

Las aleaciones  $\alpha$ - $\beta$  contienen tanto elementos estabilizadores de la fase  $\alpha$  como de la fase  $\beta$ . Estas aleaciones pueden mejorar sus propiedades mecánicas tras los tratamientos térmicos.

**En este grupo de aleaciones se encuentra la aleación Ti6Al4V, que será la utilizada para la presente investigación por las razones que se expondrán más adelante.**

### 1.1.2.3 Aleaciones $\beta$ y rico- $\beta$

Las aleaciones  $\beta$  tienen la propiedad de retener fase  $\beta$  y no sufrir transformación martensítica al enfriarse rápidamente. Tienen una gran capacidad de ser endurecidas térmicamente, obteniendo fase  $\beta$  completamente retenida tras el enfriamiento.

En función de la concentración de elementos estabilizadores de la fase  $\beta$ , se pueden obtener aleaciones estables y metaestables. Dentro de las aleaciones comerciales sólo existe este último grupo, por lo que a las aleaciones metaestables se las denomina aleaciones  $\beta$ .

Tras el tratamiento térmico de solubilización, temple y maduración, la fase  $\beta$  se transforma parcialmente en  $\alpha$ , creando pequeñas concentraciones retenidas en la fase  $\beta$ . Esto aumenta la resistencia de la aleación.



Las aleaciones  $\beta$  y rico- $\beta$  presentan un bajo módulo de elasticidad, por lo que son muy interesantes para su aplicación en el campo de la biomedicina [4].

### 1.1.3 Microestructuras del Ti6Al4V

La aleación  $\alpha$ - $\beta$  (Ti6Al4V) es la aleación de Titanio más usada industrialmente. Su composición puede variar ligeramente en función del estándar o del fabricante escogido. En la tabla 2 se presenta una comparación de los márgenes para la composición de la aleación Ti6Al4V por diferentes normativas.

Tabla 2. Composición de la aleación Ti6Al4V según diversas normativas.

	Composición (% peso)							Ti
	Al	V	Fe	C	O	N	H	
UNE 38723:1981	5,5-6,5	3,5-4,5	0,25	< 0,08	< 0,13	< 0,05	< 0,012	Bal
ISO 5832-3:1996	5,5-6,75	3,5-4,5	0,30	< 0,08	< 0,20	< 0,05	< 0,015	Bal
ASTM F136:2013	5,5-6,5	3,5-4,5	< 0,25	< 0,08	< 0,13	< 0,05	< 0,012	Bal

Cuanto mayor es el contenido en oxígeno, nitrógeno, aluminio o vanadio, mayor es la resistencia mecánica, y a la inversa, cuanto menor es su contenido, mayor es la tenacidad a fractura, la ductilidad, la resistencia a la corrosión inducida por tensión y la velocidad de propagación de grietas.

Como aleación  $\alpha$ - $\beta$ , la aleación Ti6Al4V presenta diferentes composiciones de fases  $\alpha$  y  $\beta$ , dependiendo del tratamiento térmico y del contenido en elementos intersticiales. La microestructura se puede clasificar en varias categorías: equiaxial, martensítica, laminar y bimodal (mezcla de equiaxial y laminar)

#### 1.1.3.1 Microestructura equiaxial

Las estructuras equiaxiales se obtienen tras trabajar mecánicamente el material en el rango de temperaturas  $\alpha$ + $\beta$ . Un recocido posterior a temperaturas menores a la temperatura de inicio de martensita (por ejemplo 700°C) produce una microestructura formada por granos finos de  $\alpha$  y  $\beta$ , como se muestra en la figura 6, denominada “recocido medio” o Mill-annealed, si bien esta estructura depende mucho del trabajo previo sobre el material.

Durante el recocido, la microestructura consta de fase  $\alpha$  primaria y fase  $\beta$ . Al enfriarse el material, la fase  $\alpha$  primaria no se transforma, por lo que mantiene su morfología, mientras que la fase  $\beta$  sí que se transforma, con una estructura final dependiente de la velocidad de enfriamiento desde la temperatura de recocido.

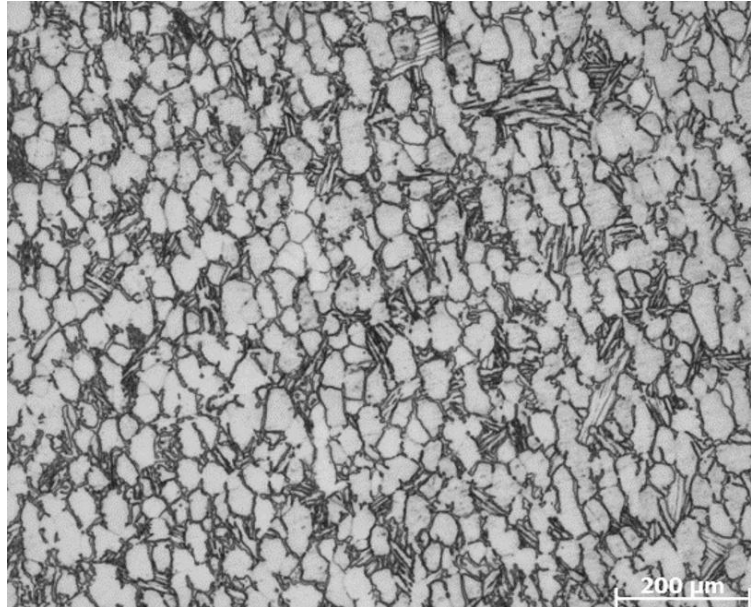


Fig. 6. Estructura equiaxial del Ti6Al4V.

#### 1.1.3.2 Microestructura martensítica

La microestructura martensítica se muestra en la figura 7. Se obtiene por enfriamiento rápido o temple, desde temperaturas superiores a la  $\beta$ -transus, lo que genera una transformación martensítica, dando lugar a la fase  $\alpha'$  o martensita hexagonal no termoelástica y a la fase  $\alpha''$  o martensita ortorrómbica termoelástica, causante de las propiedades de memoria de forma. A diferencia de los aceros, el efecto de endurecimiento de la martensita es reducido, debido al gran tamaño de los granos y a la inexistencia de átomos intersticiales.



Fig. 7. Estructura martensítica del Ti6Al4V.

#### 1.1.3.3 Microestructura laminar o de Widmanstätten

Las estructuras laminares o de Widmanstätten se obtienen por enfriamiento lento desde temperaturas superiores a la  $\beta$ -transus. Esta ralentización permite la difusión controlada desde la fase  $\alpha$  y  $\beta$  cuando la temperatura disminuye por debajo de la  $\beta$ -transus. En ese momento, la fase  $\alpha$  comienza a nuclear en los bordes de grano  $\beta$ , provocando el crecimiento de la fase  $\alpha$  en forma de láminas. La estructura laminar resultante se compone de placas gruesas de fase  $\alpha$ ,

unidas de forma íntima a placas finas de fase  $\beta$ , formando paquetes o **colonias** como se muestra en la figura 8. Esta estructura se llama fase  $\alpha$  laminar, colonias alfa, estructura Widmanstätten o bien, tipo cesta.

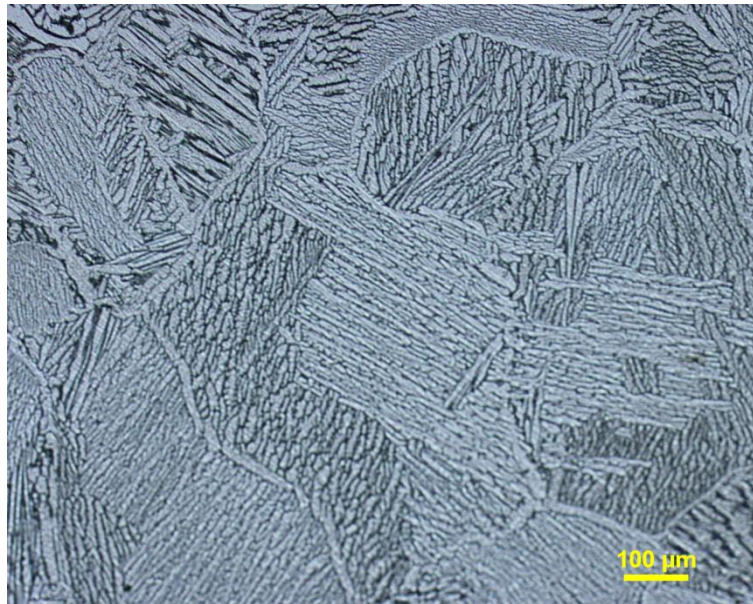


Fig. 8. Estructura Widmanstätten del Ti6Al4V.

#### 1.1.3.4 Microestructura bimodal

Las microestructuras bimodales consisten en granos  $\alpha$  aislados en una matriz  $\beta$  transformada. Se obtiene con un recocido a 950°C, seguido de un temple en agua, y un envejecimiento a 600°C. Se consigue entonces un grano  $\alpha$  de 15-20  $\mu\text{m}$  de diámetro aislado por fase  $\beta$  retransformada. Sin embargo, si se envejece a 650°C se produce la descomposición de la fase  $\beta$  en granos de fase  $\alpha$ .

#### 1.1.4 Aplicaciones de las aleaciones de Titanio [5]

Las principales motivaciones para el uso de las aleaciones de titanio en aplicaciones industriales son:

- Reducción de peso.
- Resistencia a la corrosión.
- Estabilidad térmica y química.
- Conservación de propiedades mecánicas a altas temperaturas.

Debido a su elevado precio, en comparación con otras aleaciones, como el acero inoxidable o las aleaciones de aluminio, el uso del titanio se restringe a algunas aplicaciones en las que los beneficios compensan con creces los sobrecostos.

##### 1.1.4.1 Aplicaciones aeronáuticas

Las aleaciones de titanio están presentes tanto en el fuselaje como en el motor de las aeronaves.

La reducción de peso es, en ocasiones, la razón principal para elegir las aleaciones de titanio para las aplicaciones del fuselaje, aunque también influye su alta resistencia específica. Frecuentemente resulta rentable la sustitución de los aceros de alta resistencia aunque ésta

sea mayor que la del titanio, pues las aleaciones de titanio poseen una densidad mucho menor. También es habitual que sustituya a aleaciones de aluminio, ya que, aunque la densidad del aluminio es menor, ya hemos visto que el titanio presenta una mejor resistencia. La utilización de titanio en el fuselaje permite reducir el crecimiento de posibles grietas debidas a la fatiga.

También tiene aplicaciones en los conductos hidráulicos del avión, lográndose una reducción en peso de estos sistemas de hasta el 40%, y en los conductos destinados al sistema de deshielo, debido a su estabilidad térmica y su resistencia a la corrosión.

El tren de aterrizaje también es susceptible de ser fabricado con aleaciones de Titanio, debido a su mayor resistencia a la fatiga, si la comparamos con la resistencia del Acero, y su reducción en peso.

Los álabes de las turbinas de los motores también se fabrican en aleaciones de Titanio, consiguiéndose una reducción del peso de los motores y un alargamiento de la vida útil de los mismos.

La cabeza del rotor de los helicópteros también se fabrica en Titanio, debido a su alta resistencia específica.

Finalmente, el uso más espectacular de las aleaciones de Titanio en la industria aeronáutica es en la aeronave supersónica Lockheed SR-71 "Blackbird". El 85% de la estructura de esta aeronave está fabricada con una aleación de titanio maleable a baja temperatura B120VCA (Ti-13V-11Cr-3Al). Este material, de grandes cualidades, unido al diseño aerodinámico de la nave la convierte en la aeronave más rápida, con una velocidad máxima de 3539 km/h, casi 3 veces la velocidad del sonido.

En las naves espaciales, el uso del titanio está limitado al depósito de combustible. La baja densidad del titanio y su alta resistencia específica, unidos a su compatibilidad química a altas temperaturas lo hacen el material idóneo para esta aplicación.

#### **1.1.4.2 Aplicaciones biomédicas**

El titanio cumple con los requerimientos de esta área mejor que ningún otro material, ya sea acero inoxidable, aleaciones comerciales de niobio, tántalo o de cromo-cobalto. Las características que lo hacen tan interesante en este campo son la resistencia a la corrosión, la densidad, la biocompatibilidad, la bioadhesión, el módulo de elasticidad y la resistencia a la fatiga.

El elevado precio del titanio es su principal desventaja, sobre todo en comparación con el acero inoxidable, ya que en comparación con las aleaciones de cromo-cobalto es ligeramente más elevado, y en comparación con las aleaciones de niobio o de tantalio el precio del titanio es inferior.

Las principales aplicaciones médicas del titanio y sus aleaciones en este campo son: placas, tornillos, articulaciones para la cadera y para la rodilla, endoprótesis vasculares, válvulas cardíacas, herramientas y componentes del área de la medicina dental e instrumentos quirúrgicos.

Principalmente se emplean aleaciones comerciales de titanio elemental,  $\alpha+\beta$  y las  $\beta$ . Las composiciones comerciales de Titanio elemental y el Ti6Al4V fueron las primeras en utilizarse y, a día de hoy, son las más empleadas en este ámbito.

#### **1.1.4.3 Otras aplicaciones**

En el sector de automoción, el titanio y sus aleaciones tiene aplicaciones potenciales en la fabricación de barras estabilizadoras, chasis, elementos de choque, tubos de escape, resortes de la suspensión, llantas, tornillos de rueda, pistones de frenos, bielas, pasadores de pistón, válvulas, árboles de levas y cigüeñales.

También existen numerosas aplicaciones del titanio en el área del equipamiento deportivo, debido a su ligereza y resistencia. Sin embargo, el elevado precio de esta aleación restringe su uso a ciertos componentes destinados a la alta competición. Cuadros de bicicletas, sillas de ruedas para competiciones paralímpicas, sistemas de escapa para motocicletas, bombonas de aire comprimido para el buceo, bates de béisbol, cabezas de palos de golf, etc.

En la fabricación de instrumentos musicales, también podemos encontrar piezas de titanio en cabezales de flautas traveseras, anillos periféricos de tambores, pedales de baterías y llaves de mariposa presentes en afinadores y platillos.

En la industria fotográfica, la introducción del titanio ha permitido desarrollar obturadores de alta velocidad.

En aplicaciones militares, la aleación Ti6Al4V es la aleación más utilizada en el blindaje de vehículos ligeros, pesados y anfibios.

En moda y complementos, se utiliza para la fabricación de bisutería, ya que es ligero e hipoalergénico y tiene una amplia variedad de acabados decorativos.

En la industria química, se emplea como sustituto del acero inoxidable allí donde esta aleación no proporciona suficiente protección contra la corrosión. Se encuentra en instalaciones expuestas a ácido nítrico, ácido acético, acetona, ácido fórmico, ácido cítrico, ácido tartárico, ácido esteárico, ácido tánico y ácidos orgánicos, especialmente en condensadores, intercambiadores de calor, turbinas, depuradoras, tanques de almacenamiento, tuberías, bombas, válvulas, etc.

Finalmente, en arquitectura, puede ser empleado como revestimiento, tanto exterior como interior.

## **1.2 Tecnologías de Fabricación Aditiva [6]**

Se entiende por fabricación aditiva al conjunto de técnicas, tecnologías y métodos que permiten la fabricación rápida, flexible y competitiva de piezas – ya sean prototipos, moldes, matrices o productos finales – directamente a partir de información electrónica (software CAD 3D), mediante la adición – capa a capa – de material metálico, polimérico o cerámico. Sin embargo, cuando aludimos a “tecnología de fabricación aditiva” se engloba una gran cantidad de tipología de máquinas, con sus características propias y muy diferentes entre ellas (materiales, condiciones de fabricación, forma de procesado, etc.), y que condicionarán los productos resultantes.

Existe una gran variedad de técnicas o tecnologías de fabricación aditiva, las cuales pueden ser clasificadas atendiendo a muchos y muy variados criterios. Un criterio bastante general permite clasificarlas en función del material procesado. Atendiendo a este criterio tendríamos tres grandes grupos: tecnologías capaces de procesar materiales metálicos, cerámicos o poliméricos.

Una de las tecnologías aditivas de mayor relevancia en el procesamiento de material metálico es la **fusión por haz de electrones**– EBM (Electron Beam Melting).

Esta tecnología presenta una serie de ventajas e inconvenientes que condicionarán el desarrollo del presente Trabajo Fin de Grado.

**Fusión por haz de electrones**– EBM es una tecnología capaz de obtener piezas tridimensionales mediante fusión- capa a capa- de material metálico conductor en formato polvo a partir de un archivo 3D.

El proceso por el cual se obtiene la pieza a partir del formato 3D consta de las siguientes fases:

- Se crea un archivo sólido en formato CAD en tres dimensiones.
- A partir de ese archivo, se crea un modelo STL. Los modelos STL se caracterizan por representar modelos sólidos en tres dimensiones mediante pequeñas superficies o caras adyacentes.
- A partir del modelo STL y con software genérico o específico de cada una de las tecnologías de fabricación, se divide el objeto en tantas capas como sean necesarias para su fabricación. Cada capa constituye un archivo.
- Cada una de las capas creadas mediante software se convertirán en una de las capas de producto final por solidificación del sustrato como consecuencia de la incidencia de un haz de electrones.

En la tecnología EBM, el principio de fusión consiste en la emisión de un chorro de electrones desde la parte superior, que funde selectivamente una capa de material en polvo depositado previamente en la plataforma de trabajo.

Los electrones procedentes de un filamento de wolframio, son emitidos a mitad de la velocidad de la luz. La función de control de la posición del haz de electrones en el área de trabajo la ejercen bobinas posicionadas en los laterales que generan los campos magnéticos.

Por otro lado, para habilitar el camino del chorro hacia la plataforma de trabajo y evitar su desviación y pérdida de focalización en la cámara de trabajo, es necesario crear vacío a  $10^{-4}$  mbar, que se establece mediante una bomba de vacío situada en la parte trasera de la máquina.

El vacío favorece la buena fusión del metal procesado. La ausencia de oxígeno durante el proceso de fusión mejora las propiedades mecánicas del material fabricado. Desde el principio, la tecnología EBM se ha especializado en la fusión de aleaciones no férricas como Ti6Al4V.

La placa de fabricación, de acero austenítico, está situada sobre el polvo (buen aislante térmico), sin fijación alguna. Por debajo de ella está situado un termopar que mide la temperatura de la plataforma. **La temperatura de la placa de trabajo es de 650-700°C** (esto indica que la temperatura de la pieza debe ser superior durante el procesamiento debido a la limitada evacuación del calor a través del polvo). Gracias a la elevada temperatura del área de

trabajo, el polvo suelto en el aire termina sedimentándose en las paredes interiores de la campana, por lo que no hay peligro de contaminación de la máquina por polvo. Este hecho resulta muy importante en la fabricación de implantes.

Las principales ventajas de esta tecnología son:

- Capacidad de procesar cualquier material conductor eléctrico.
- Rapidez, debido a la elevada potencia del chorro de 3000 W.
- La temperatura ronda los 650-700°C, implicando un menor salto térmico respecto a la temperatura de fusión, lo cual puede afectar positivamente a las propiedades mecánicas y la microestructura de las piezas.
- Las piezas tienen alta pureza debido al procesado en vacío.
- Nula inversión en utillajes, puesto que se fabrica directamente desde archivos CAD.

No obstante, las propias características de la tecnología y de la máquina, pueden condicionar la fabricación, por tanto deben ser tenidas en cuenta. Las más destacables se presentan en la tabla 3.

Tabla 3. Características técnicas de la tecnología EBM

Volumen del tanque	mm <sup>3</sup>	250x250x200 (380)
Tamaño de pieza máximo	mm	200x200x180 (350)
Precisión dimensional	mm	± 0.4
Velocidad de trabajo	cm <sup>3</sup> /min	Hasta 60
Grosor de chapa	mm	0,05 – 0,2 (valor medio a 0.1)
Distribución del tamaño de polvo	µm	45-100
Potencia del haz	W	3.500 – 4.000
Temperatura de la plataforma	°C	650-700
Presión de vacío durante la fabricación	mbar	10 <sup>-3</sup> – 10 <sup>-4</sup>

### 1.3 Parámetros de proceso.

A la hora de definir los parámetros de procesado de la tecnología de fusión por haz de electrones, aparecen gran variedad de ellos, a continuación se detallan aquellos más relevantes, y que pueden influir, de manera decisiva, en las propiedades finales del producto fabricado.

#### 1.3.1 Velocidad de pasada del haz.

El haz de electrones se desplaza por el área de fabricación a una determinada velocidad. Este parámetro condicionará la cantidad de energía que se aporte por cm<sup>3</sup>.

### 1.3.2 Potencia del haz de electrones.

La potencia del haz viene determinada por la cantidad de electrones emitidos desde el filamento de wolframio y, por tanto, está en relación directa con la intensidad. Este parámetro que nos permite controlar la intensidad, junto con la velocidad de desplazamiento del haz, condicionará la cantidad de energía que se aporte por  $\text{cm}^3$ .

### 1.3.3 Diámetro del foco.

Es posible controlar el diámetro del foco dentro de valores – medidos en miliamperios – entre 0 y 200 mA. A mayor valor en mA, mayor diámetro del haz de electrones.

### 1.3.4 Separación entre haces

El haz de electrones trabaja siguiendo unas líneas patrón en el área de trabajo. Este parámetro regula la distancia entre 2 líneas contiguas, de modo que entre una pasada del haz y la siguiente puede quedar un espacio sin pasada o pueden solaparse las pasadas si no se regula correctamente.

### 1.3.5 Ordenación de los haces durante el precalentamiento

A su vez, la placa de fabricación está dividida en líneas por donde pasa el haz de electrones. El parámetro controla en qué orden se realizan las líneas del área de trabajo durante el precalentamiento. Por tanto, controla el tiempo que transcurre entre que una línea es calentada y cargada negativamente hasta que el haz de electrones pasa por las líneas adyacentes.

Gracias a este parámetro se puede controlar la temperatura de precalentamiento del polvo antes del fundido y, por tanto, del área de trabajo. Si el tiempo es demasiado breve se producen humos, efecto causado por la repulsión generada entre los electrones emitidos por el haz y la carga negativa generada en la capa en la pasada previa.

Debido a esta particularidad, es necesario tener en cuenta los siguientes aspectos a la hora de realizar la fabricación de una pieza mediante la técnica EBM.

- El material se encuentra aglomerado, en forma de polvo a 650 – 700 °C. Esto implica que no hacen falta soportes, ya que el propio material actúa como soporte volumétrico. Sin embargo es necesario tener en cuenta esta circunstancia en el proceso de diseño.
- Al procesar los materiales mediante un haz de electrones de muy alta potencia (3000 W), es necesario tener en cuenta la evacuación de la temperatura, diseñando las piezas de forma que las zonas más volumétricas se encuentren lo más próximas a la placa de fabricación.
- Debido también a la necesidad de evacuar dicha temperatura, es obligatorio introducir, a lo largo de la superficie, estructuras (similares a los soportes) para dicha eliminación, que se denomina rejilla **soporte** (wafer support).
- A pesar de que esta tecnología está capacitada para obtener huecos o cavidades (estructuras tridimensionales) entorno a 0,4 mm, la posibilidad de extraer el polvo de las cavidades se hace imposible para una profundidad por encima de los 10 mm.



La principal ventaja de las técnicas de fabricación aditiva, en general, radica en la reducción de los plazos de fabricación, puesto que a partir de un archivo 3D se puede fabricar la pieza sin necesidad de fabricar moldes previamente. Están especialmente indicadas en la fabricación de piezas pequeñas y de mediano tamaño y en un número reducido (pequeña y mediana tirada), y especialmente para productos del alto valor añadido.



# OBJETIVOS



## 2 OBJETIVOS DEL TRABAJO

El objetivo principal del presente **Trabajo Fin de Grado** es optimizar las propiedades mecánicas de una aleación de titanio (Ti6Al4V) fabricada mediante la técnica de fabricación aditiva de fusión por haz de electrones (EBM). Para ello, se hará uso de la aplicación de tratamientos térmicos sobre las muestras obtenidas. Se comparará el efecto que tendrán los tratamientos térmicos sobre la microestructura final en las piezas fabricadas, y se analizarán aquellas variables que presentan una mayor influencia sobre las propiedades mecánicas.

Así pues, este objetivo general se puede dividir en los siguientes objetivos específicos:

- Determinar las características mecánicas finales después de la fabricación de los materiales mediante fusión por haz de electrones (EBM).
- Definir qué variables microestructurales afectan en mayor medida sobre las propiedades mecánicas finales de las aleaciones fabricadas mediante fusión por haz de electrones.
- Mejorar la homogeneidad del material obtenido mediante fabricación aditiva a través de la aplicación de tratamientos térmicos.

Actualmente las aleaciones de titanio realizadas mediante fabricación aditiva poseen anisotropía, es decir presentan distintas propiedades mecánicas si son analizadas en cualquier de las tres dirección de fabricación (longitudinal, transversal o espesor). Estas variaciones de propiedades pueden alcanzar diferencias entre un 15% y un 20% dependiendo de la propiedad mecánicas que se quiera evaluar. Con el presente proyecto, se espera poder reducir este efecto en un 5-10% a través de tratamientos térmicos.

Por otra parte, a través de los estudios metalográficos y ensayos mecánicos se pretende localizar aquellos microconstituyentes que tengan una mayor influencia en las propiedades mecánicas, debido a que la fabricación aditiva tiene la casuística de formar granos cristalográficos alargados en la dirección de movimiento de bandeja de fabricación, el eje Z.

Por último, se pretende comprobar si la aplicación de ciertos tratamientos térmicos pueden permitir la optimización de la aleación de Ti6Al4V para uso biomédico y quirúrgico, principalmente en implantes dentales y prótesis quirúrgicas, ya que la tecnología de fabricación aditiva EBM permite la obtención de modelos muy precisos para estas aplicaciones.



# PLAN DE TRABAJO





### **3 PLAN DE TRABAJO**

El plan de trabajo se ha estructurado en 4 fases.

#### **3.1 Obtención de muestras**

En una primera fase, se procederá a la obtención de pequeñas muestras cilíndricas mediante la técnica de fusión por haz de electrones partiendo de polvo de una aleación comercial de titanio (Ti6Al4V)

A partir de estas muestras, se desarrollará la presente investigación.

#### **3.2 Selección de tratamientos térmicos**

En esta segunda fase se seleccionarán los tratamientos térmicos adecuados y se obtendrán probetas tratadas térmicamente, con los tratamientos seleccionados.

Después de la revisión bibliográfica se llevará a cabo la selección de los tratamientos térmicos para aumentar las capacidades resistentes del material. Para ello se tendrán en cuenta las temperaturas de inicio y finalización de la transformación alotrópica del material estudiado.

Durante la ejecución de esta tarea se llevarán a cabo los tratamientos térmicos establecidos en la etapa anterior. Para ello se emplearán hornos con velocidad de calentamiento y enfriamiento controlada. Las muestras estarán situadas cerca de termopares externos para asegurar la temperatura de calentamiento y su velocidad. Todos los tratamientos térmicos serán llevados a cabo a través de atmósferas inertes, para evitar oxidaciones superficiales o defectos que puedan fragilizar las zonas del material debido a la acción del oxígeno.

Durante las tareas de tratamientos térmicos, tanto en las rampas de calentamiento, como en las rampas isotérmicas, se medirán las dilataciones del material, para obtener posibles variaciones originadas por cambios microestructurales, porosidades o imperfecciones internas del propio material.

#### **3.3 Caracterización de materiales**

En esta fase del trabajo se procederá a la caracterización física y morfológica de los materiales tratados térmicamente.

Para ello se desarrollarán las siguientes etapas.

- **Caracterización microestructural.**

Durante la ejecución de esta tarea se llevarán a cabo una inspección visual de la microestructura del material para evaluar las propiedades obtenidas a través de los tratamientos térmicos. Tras un ataque químico con reactivo específico para titanio, se llevarán a cabo inspecciones metalográficas y mediciones microestructurales. El ataque químico revelará la microestructura del material para poder relacionar estas características con las propiedades mecánicas obtenidas antes y después de los tratamientos térmicos.

- **Caracterización mecánica.**

Las características mecánicas vendrán dadas por ensayos de compresión, obteniéndose así datos cuantificados de los tratamientos térmicos. Para zonas puntuales de la microestructura se realizarán medidas de dureza, para poder evaluar defectos superficiales, y serán

relacionados con las características microestructurales. Estos materiales poseen fases en los granos primarios llamados colonias alfa, que son las encargadas de dar mayor resistencia al material.

### **3.4 Selección de la aleación con mejor balance de propiedades**

Finalmente, se seleccionará aquel tratamiento que permita una mejora de las propiedades mecánicas del material, una reducción de la anisotropía entre planos y que permita su utilización en el sector biomédico, para ello, además de obtener un material con mejores propiedades mecánicas y menor anisotropía, es necesario disminuir el módulo elástico para que sea más parecido al módulo elástico del hueso, con lo que se logra una mejor osteointegración de las prótesis fabricadas con este material.

# MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES



## 4 MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

### 4.1 Materiales

Para el desarrollo del presente proyecto se ha empleado la aleación de Titanio Ti6Al4V suministrada por la marca ARCAM AB, mismo proveedor de la tecnología EBM. En este caso se trata de una aleación  $\alpha$ - $\beta$ , en formato pulverulento y esférico – como se muestra en la figura 9-, obtenido a partir de un proceso de atomización por gas. Su tamaño de partícula está comprendido entre 45 y 100 micras, para evitar riesgos de explosión.

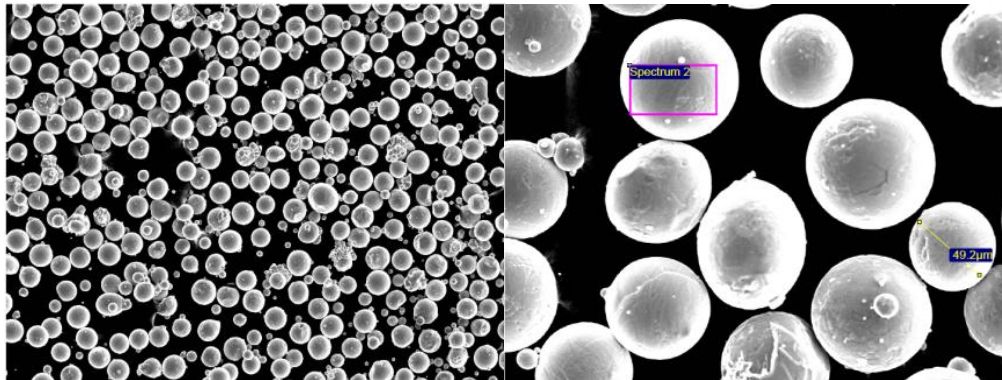


Fig. 9. Morfología del polvo Ti6Al4V: izquierda 100 x y derecha 400x.

Las principales características de esta aleación se describen en la siguiente tabla 5.

Tabla 5. Características de la aleación Ti6Al4V

Límite elástico	760-795 MPa
Resistencia a la tracción	825-860 MPa
Punto de fusión	1635-1670 °C
Densidad	4,42 g/cm <sup>3</sup>
Resistencia específica	187-195 kN.m/kg
Resistencia a la fatiga (10 <sup>7</sup> ciclos)	500-600 MPa
Dureza	330 HB
Módulo elástico	100-130 GPa

### 4.2 Técnicas experimentales

#### 4.2.1 Dilatometría lineal

La dilatometría es la técnica que permite medir, con gran precisión, los cambios dimensionales de sólidos, polvos compactos, materiales fundidos y pastas, en función de la temperatura de dicho material. Este efecto de dilatación/contracción está relacionado con la energía de enlace de los átomos mediante el coeficiente de dilatación.

$$\alpha = \frac{1}{L} \cdot \frac{dL}{dT}$$

Donde las dimensiones generales del material en una dirección dada son  $L$  y aumentan al aumentar la temperatura  $T$ . El coeficiente de dilatación térmica describe cuánto se dilata o se contrae un material cuando cambia su temperatura.

En el caso de la dilatometría lineal, sólo es posible detectar los cambios dimensionales a lo largo de eje longitudinal de la muestra.

El equipo empleado para el ensayo de dilatometría permite establecer rampas de calentamiento, segmentos isotérmicos y rampas de enfriamiento. Además, es posible trabajar en atmósfera controlada ( $N_2$ ), con el fin de minimizar los efectos de gases indeseados en la microestructura del material.

Con este ensayo, se establecieron las temperaturas de inicio y fin de transformación alotrópica del material, mediante el estudio de la gráfica de variación dimensional.

Los tratamientos térmicos se realizaron sobre probetas cilíndricas de 8 mm de diámetro extraídas de cilindros fabricados mediante la técnica de haz de electrones – EBM. Para cada tratamiento se obtuvieron 3 probetas, una de 25 mm de longitud en la dirección de fabricación XZ para los estudios metalográficos y la determinación de la dureza, otra de 6,8 mm de longitud en la dirección de fabricación XZ para el ensayo de compresión, y otra de 6,8 mm de longitud en la dirección de fabricación XY para el ensayo de compresión. El equipo empleado para los tratamientos térmicos fue un dilatómetro lineal, de marca NETZSCH DIL402-C, que se muestra en la figura 10. El equipo dispone de un horno capaz de alcanzar  $1550^{\circ}C$ , con la posibilidad de medir, en todo momento, la temperatura de la muestra gracias a un termopar situado en el zona superior de la probeta.



Fig. 10. Equipo de dilatometría lineal NETZSCH DIL402-C

Las muestras se situaron encima de espaciadores para alojar muestra de hasta 10 mm de diámetro, todos ellos de alúmina, que se muestran en la figura 11. El equipo, al mismo tiempo, dispone de una varilla cerámica en uno de los extremos, llamada “holding tuve”, que es la encargada de ejercer la presión a la muestra, una presión lo más mínimo posible como para medir las variaciones de dilatación ocurridas durante el calentamiento de las muestras.

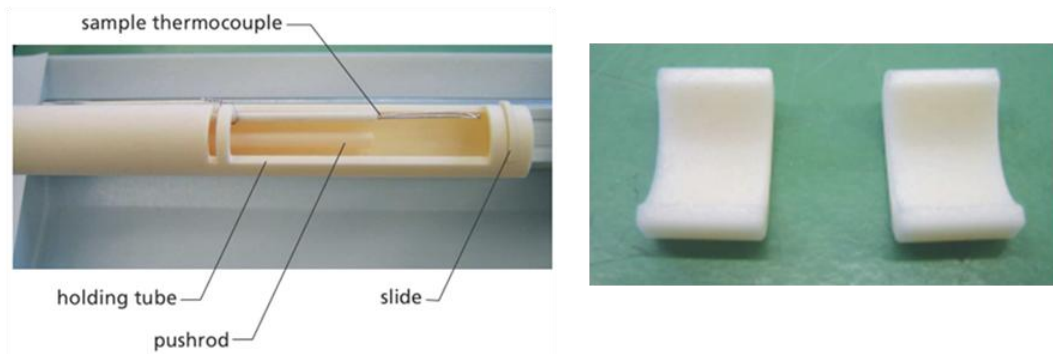


Fig. 11. Partes del equipo de dilatometría lineal.

#### 4.2.2 Estudio metalográfico

Se define la metalografía como la técnica que revela la organización espacial de fases y compuestos que conforman un material metálico. La microestructura de un metal está íntimamente ligada con sus propiedades físicas, químicas y mecánicas. Con esta técnica se puede apreciar:

- Los diversos compuestos y fases.
- Las diferentes fases y tamaños que adoptan en la estructura.
- Las diversas configuraciones entre las fases y compuestos.

La preparación metalográfica se compone de los siguientes pasos:

- Corte metalográfico.
- Preparación metalográfica.
- Lijado y pulido de la superficie embutida.
- Ataque químico.
- Observación al microscopio.

Para el estudio metalográfico se emplearon los siguientes equipos.

##### 4.2.2.1 Tronzadora de precisión para el corte metalográfico.

El tronzado es una técnica de corte por arranque de material. Se produce tronzado cuando el corte se produce por giro de la herramienta.

En el caso de las tronzadoras de precisión, el corte se produce en condiciones de mayor control de las variables del proceso, que en procesos de tronzado no automatizados. Las principales características a tener en cuenta en el proceso de tronzado son:

- Velocidad de giro de la herramienta.
- Velocidad de avance entre herramienta/muestra.
- Ángulo de incidencia de la herramienta sobre la muestra a cortar.
- Uso, o no, de fluidos de corte.

Para la obtención de las probetas de ensayo necesarias para la caracterización del material se empleó una tronzadora de precisión de sobremesa modelo Secotom-10, de la marca STRUERS, que se muestra en la figura 12. Se utilizó un disco de baquelita con deposición de SiC como abrasivo, de 150 mm de diámetro. La velocidad de avance entre herramienta/muestra fue de

0,05 a 0,20 mm/s, mientras que el corte se realizó con una velocidad angular constante de 2000 rpm. empleando fluido de refrigeración.



Fig. 12. Tronzadora de precisión STRUERS Secotom-10 utilizada durante el desarrollo del proyecto.

#### 4.2.2.2 Embutidora para preparación metalográfica

La preparación metalográfica o embutición, es la técnica por la que las pequeñas piezas se introducen en una resina - transparente u opaca – con el fin de facilitar su manipulación y posteriores tratamientos o ensayos.

En este caso, los ensayos que requieren una preparación metalográfica previa son la determinación de dureza Vickers y el estudio metalográfico o estudio de la microestructura.

Para la preparación metalográfica se utilizó una prensa electrohidráulica de embutición en caliente de un único cilindro que se muestra en la figura 13.

Durante el proceso de embutición, la prensa aplica una carga de 150 bar durante 7 min, y mediante un elemento calefactor se mantiene la temperatura a 150°C. Posteriormente, se refrigera el sistema, consiguiendo que la resina polimerice y solidifique. Como resultado, se obtiene una probeta de 25 mm de diámetro y altura variable (en función del tamaño de la pieza y de la cantidad de resina utilizada), necesaria para lo manipulación de la muestra durante los estudios posteriores.





Fig. 13. Embutidora Struers CitroPress-1 empleada durante el desarrollo del proyecto.

#### 4.2.2.3 Lijadora y pulidora

Tras la preparación metalográfica se precisa del lijado y pulido de la superficie del metal antes de su observación microscópica. Esta preparación, posterior a la embutición de las muestras en caliente, permite eliminar las marcas originadas por el disco de corte de la tronzadora y revelar una superficie pulida sobre la que poder realizar los ensayos siguientes.

Para el lijado y pulido de las muestras se emplearon lijadoras TegraPol-15 de la marca STRUERS que se presentan en la figura 14.

Para el lijado inicial se utilizaron lijas de grano 180, 500, 1200, 2000 y 4000, sucesivamente, en presencia de agua como agente lubricante. Finalmente, el pulido se realizó mediante un trapo de fieltro empapado de una solución lubricante específica y partículas de diamante de tamaño medio  $1\mu\text{m}$ .



Fig. 14. De izquierda a derecha, pulidora y lijadora TegraPol-15, de la casa Struers.

#### 4.2.2.4 Microscopio óptico para observación de la microestructura

La microscopía óptica es una técnica instrumental que permite la observación de objetos que, de otra manera sería imperceptibles al ojo humano. Para eso, la microscopía se sirve del uso de lentes de aumento dispuestas en un sistema óptico de una fuente de luz que permite la visualización de una réplica del objeto observado en el ocular.

Para el estudio de la microestructura del material, se empleó un microscopio óptico NIKON ECLIPSE LV100, con lentes de aumento x50, x100, x200, x500, x1000 que se muestra en la figura 15. Mediante el procesador de imágenes NIS-Elements se pudo realizar un análisis detallado de las metalografías, según los aumentos, con el fin de determinar las propiedades descritas al comienzo de este trabajo, en particular:

- Tamaño de grano.
- Borde de grano.
- Colonias Alfa.
- Placas Alfa.



Fig. 15.. Microscopio óptico NIKON ECLIPSE LV100.

#### 4.2.3 Ensayos de compresión

El ensayo de compresión permite estudiar el comportamiento mecánico del material estudiando la deformación del mismo en función de las cargas aplicadas. La carga y la deformación son normalizados. La tensión (carga) nominal  $\sigma$  se define como:

$$\sigma = \frac{F}{A_0}$$

La deformación nominal se define como:

$$\epsilon = \frac{l_i - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0}$$

Mediante este ensayo fue posible determinar el comportamiento elástico y plástico de la aleación objeto de estudio, tal como demuestra la figura 16, correspondiente a una de las muestras ensayadas.

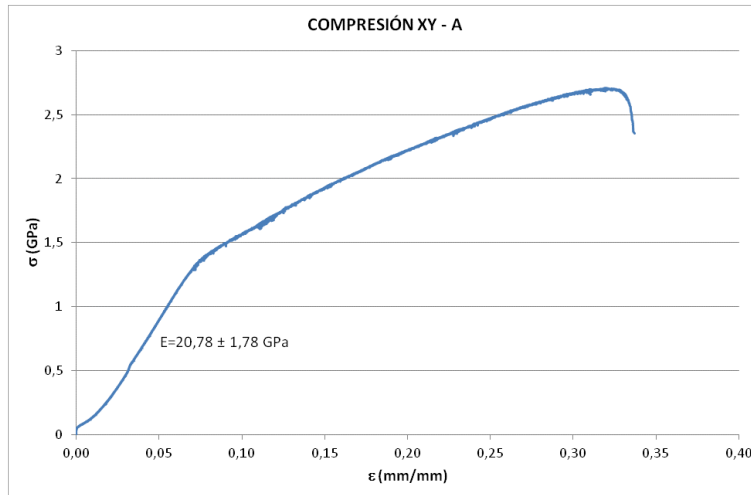


Fig. 16.. Gráfica tensión/deformación en ensayo de compresión de la muestra original.

Los ensayos de compresión se realizaron con una prensa universal de ensayos IBERTEST modelo UIB-600-D/AUT, número de serie 111026, provista de una célula de carga de 600 kN, como la que se muestra en la figura 17. Los ensayos de compresión se realizaron según la norma ASTM C39/C39M, con una velocidad de  $0,25 \pm 0,05$  MPa/s. Las cargas aplicadas y los desplazamientos se registraron mediante un ordenador, obteniéndose las características resistentes y de alargamiento a rotura. A partir de estos resultados, es posible calcular diferentes indicadores mecánicos, tales como el módulo elástico del material.



Fig. 17. Prensa universal de ensayos IBERTEST empleada en los ensayos de compresión.

#### 4.2.4 Ensayos de dureza

El ensayo de dureza mide la resistencia de un material a la deformación plástica localizada. Esta técnica cuantitativa se basa en un pequeño indentador que es forzado sobre una superficie del material a ensayar, en condiciones controladas de carga y velocidad de aplicación de la carga [7].

En el caso objeto de estudio, se empleó la escala Vickers. La dureza Vickers se enmarca dentro de las técnicas conocidas como microdurezas, debido al reducido tamaño de la marca creada sobre el material, que debe ser medida con un microscopio. La carga aplicada sobre la muestra fue de 1 Kg, indicándose como HV1.

En esta técnica, el indentador tiene forma de pirámide, con un ángulo de 136° entre caras, de tal forma que, una vez obtenida la huella del mismo sobre la superficie del material, se cuantifica la dureza midiendo el promedio de las diagonales (d) de la huella medidas en micras y tomando en cuenta la carga aplicada en gf, se aplica la siguiente expresión:

$$HV = 1854 \cdot \frac{F}{d^2}$$

Los ensayos de microdureza se realizaron con un durómetro Wolpert V-Testor 2, como el que se muestra en la figura 18.



Fig. 18. Durómetro Wolpert V-Testor 2 utilizado para la determinación de la dureza del material.

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN



## 5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 5.1 Obtención y preparación de muestras.

La fabricación de las probetas objeto de este estudio se realizó utilizando los parámetros propuestos por el fabricante de la máquina de haz de electrones ARCAM AB. En esta fabricación se utilizó una corriente de fusión del haz de 10 mA, un foco de desplazamiento de 17 mA (diámetro del haz  $\sim 455 \mu\text{m}$ ), y velocidad de  $188 \text{ mms}^{-1}$ .

Inicialmente se obtuvieron barras de 300 mm de longitud y 10 mm de diámetro, que posteriormente se cortaron y mecanizaron para la realización de los ensayos de tracción, con el fin de obtener la caracterización mecánica del material en bruto.

Las propiedades mecánicas del material en bruto se describen en la tabla 4.

Tabla 4. Propiedades mecánicas el Ti6Al4V empleado en el presente estudio.

Límite Elástico (MPa)	$992 \pm 12$
Resistencia Máxima (MPa)	$1.053 \pm 13$

De las muestras cilíndricas obtenidas por EMB se obtuvieron tres segmentos, de 10, 10 y 5 mm respectivamente, para la determinación de la dureza, y estudio metalográfico, tanto en la dirección XZ como en la dirección XY (imagen 1, 2 y 3 de la figura 19).

Adicionalmente se prepararon probetas de 8 mm de diámetro y 6.8 mm de longitud para la realización de los ensayos de compresión, tanto en el plano XZ (imagen 4 de la figura 19), como en el plano XY (imagen 5 de la figura 19).

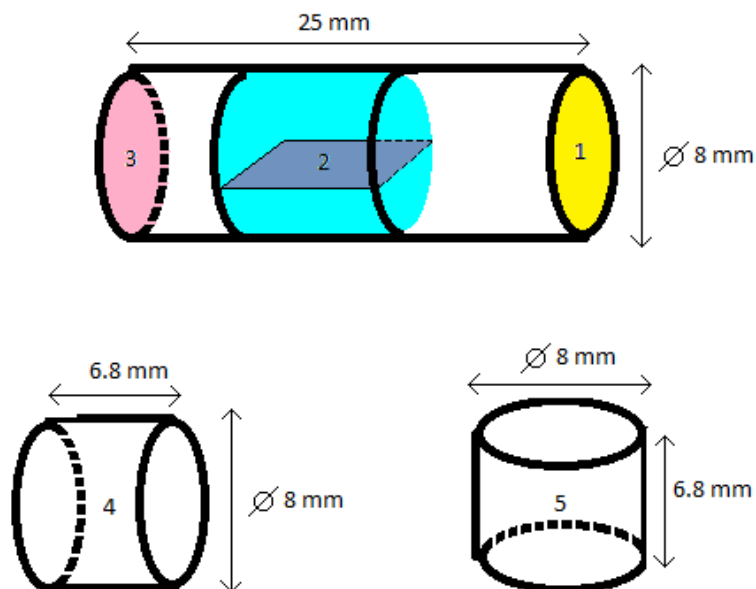


Fig. 19. Secciones de las probetas objeto de estudio según el estudio realizado.

### 5.2 Selección de las temperaturas y aplicación de tratamientos térmicos.

Para la selección de las temperaturas de tratamiento se realizó un doble estudio. Por un lado, se analizó la bibliografía existente, en particular el trabajo llevado a cabo por Vranchen, Thijs y

otros [8], que se contrastó con el análisis de la curva de dilatación lineal de la aleación Ti6Al4V realizada en el laboratorio.

El primer estudio ahonda en la modificación de las propiedades mecánicas de las aleaciones de titanio obtenidas por la tecnología aditiva SLM (Selective Laser Melting). Algunas de las conclusiones de estudios se indican a continuación:

- El crecimiento de las placas  $\alpha$ , característica de la microestructura Widmanstätten depende de la temperatura de calentamiento (para tratamientos por debajo de la temperatura de finalización de la transformación alotrópica – denominada sub-transus por los autores) y de la velocidad de enfriamiento para temperaturas superiores a la temperatura  $\beta$ -transus (denominados tratamientos super-transus por los autores).
- Ni el tiempo de tratamiento, ni la velocidad de enfriamiento son significativos para tratamientos por debajo de la temperatura de inicio de transformación alotrópica, mientras que su influencia aumenta al acercarse a la temperatura  $\beta$ -transus.
- Cuando la temperatura de tratamiento supera la temperatura  $\beta$ -transus, los granos columnares originales crecen para formar grandes granos semi-equiaxiales de fase  $\beta$ .
- El enfriamiento en horno de las muestras tratadas térmicamente, genera estructuras lamelares  $\alpha+\beta$ .
- Las propiedades mecánicas del material dependen principalmente de la mayor temperatura de tratamiento.

Inicialmente se llevó a cabo ensayos de dilatometría sobre muestras en estado original y una de las curvas obtenidas se muestra en la figura 20. Se observa la presencia de dos puntos de inflexión, correspondientes, supuestamente, al momento de inicio y fin del proceso de transformación alotrópica. Se realizaron más de dos ensayos de dilatometría por muestra, por lo que se obtuvieron un total de 10 curvas de dilatación lineal. Los valores medios obtenidos para cada uno de los puntos estudiados son:

- Para comienzo de la transformación alotrópica:  $894 \pm 41$  °C.
- Para fin de la transformación alotrópica:  $1027 \pm 9$  °C.

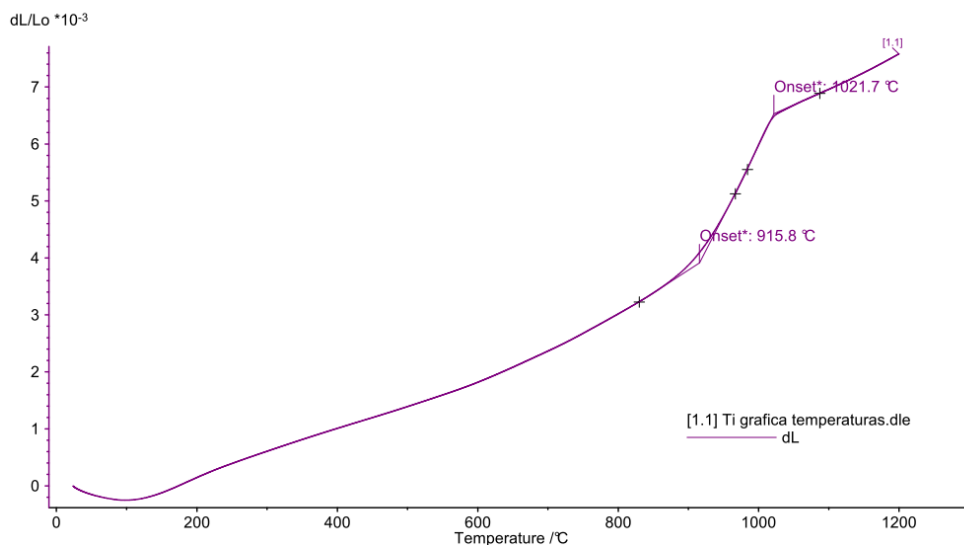


Fig. 20. Gráfica de temperaturas de transformación alotrópica obtenida por dilatometría.

Con la información obtenida se establecieron **tres temperaturas de tratamiento térmico**.



- 850°C. Inferior a la temperatura de inicio de transformación alotrópica.
- 940°C. Superior a la temperatura de inicio de transformación alotrópica pero inferior a la temperatura de fin de transformación alotrópica.
- 1060°C. Superior a la temperatura de fin de transformación alotrópica

### 5.2.1 Secuencia de aplicación del tratamiento térmico

Para la preparación de los tratamientos térmicos, se requirió del control de las variables de gradientes de temperatura o las velocidades de calentamiento. Una vez alcanzada la atmósfera inerte, cada tratamiento constó de 4 fases.

- Calentamiento progresivo hasta la temperatura de tratamiento, a razón de 10°C/min.
- Mantenimiento de la temperatura de tratamiento durante 2 horas.
- Enfriamiento progresivo, en el interior del dilatómetro, a razón de 2,4 °C/min, hasta alcanzar una temperatura, en la probeta, de 500°C.
- Rotura de la atmosfera inerte, mediante la apertura del dilatómetro y enfriamiento al aire, hasta temperatura ambiente.

La selección de esta secuencia de aplicación del tratamiento térmico coincide con los tratamientos estudiados por Vrancken et al.[8], por lo que se optó por estos tratamientos para poder desarrollar un estudio comparativo entre ambas tecnologías.

La figura 21 muestra los ciclos de tratamiento de cada uno de los tratamientos descritos.

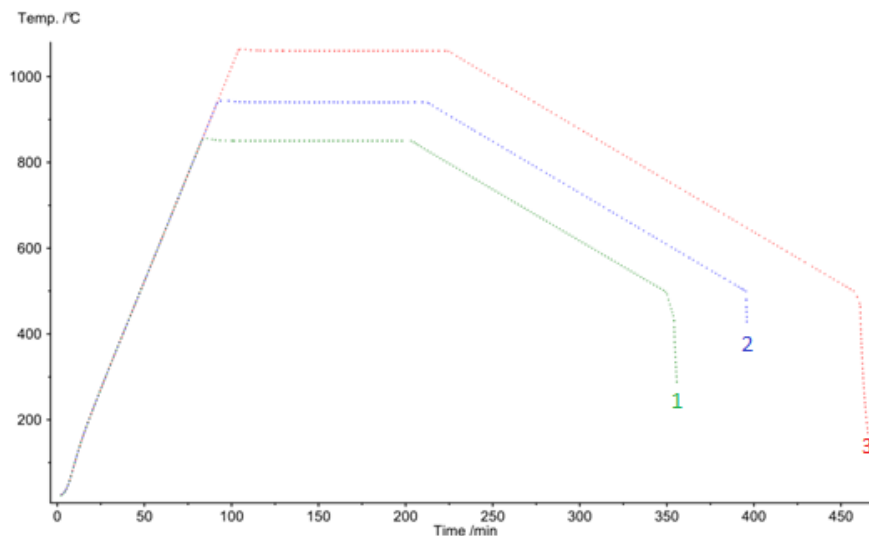


Fig. 21. Gráfica Temperatura/Tiempo de los tratamientos térmicos: (1) 850°C, (2) 940°C y (3) 1060°C.

Se analizaron los cambios producidos en las muestras objeto de estudio desde los siguientes puntos de vista.

### 5.3 Caracterización microestructural

Se procedió a la realización de inspecciones metalográficas y mediciones estructurales para poder relacionar las modificaciones en las estructuras metalográficas con las variaciones de sus propiedades mecánicas. En particular se analizaron los siguientes aspectos microestructurales.

- Tamaño de grano.

- Tamaño de borde de grano.
- Tamaño de colinas alfa.
- Tamaño de estructuras laminares:placas alfa.

La caracterización microestructural permitió comparar el comportamiento de los cuatro parámetros estudiados en función del tratamiento térmico aplicado.

### 5.3.1 Microestructura aleación Ti6Al4V en estado de fabricación

La microestructura de los planos X-Y y X-Z de la aleación Ti6Al4V en estado original se observa en la figura 22. Se obtiene una morfología anisotrópica, formada por granos columnares  $\beta$  orientados en la dirección de fabricación (plano X-Z), como consecuencia directa del gradiente térmico que existe en la dirección z. La placa de fabricación y el material depositado actúan como disipadores de calor durante la deposición, mientras que la pieza que se está fabricando se encuentra rodeada de polvo de titanio suelto o ligeramente sinterizado, que actúa como aislante.

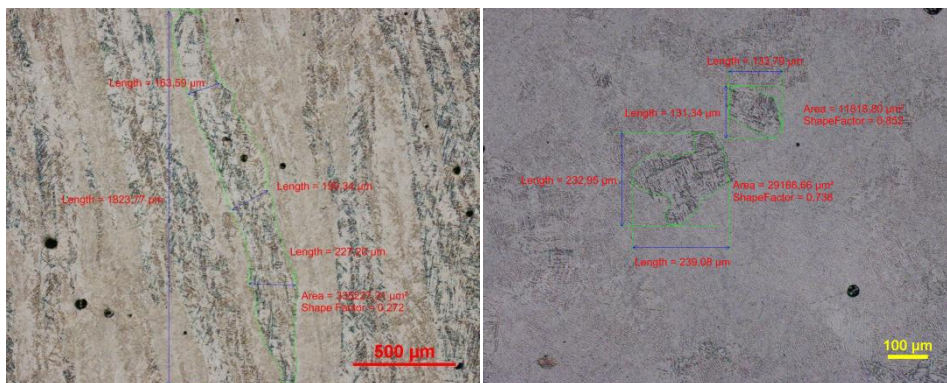


Fig. 22. Microestructura de la aleación Ti6Al4V en estado de fabricación. Izquierda: plano X-Z 50x; derecha: plano X-Y 100x.

Se observa una microestructura lamelar  $\alpha+\beta$  dentro de los granos  $\beta$  para planos tanto paralelos como perpendiculares a la dirección de fabricación. La estructura de lamelas es principalmente Widmanstätten, con una microestructura aleatoria de colonias. El tamaño de los granos columnares (plano X-Z) es de 130,5  $\mu\text{m}$ , mientras que el de los granos equiaxiales (plano X-Y) es de 151,0  $\mu\text{m}$  aproximadamente. El espesor promedio de los límites de grano de la fase  $\alpha$  entre los granos  $\beta$  es de 1,5  $\mu\text{m}$ . El espesor de las placas/lamelas  $\alpha$  es de 1,4  $\mu\text{m}$  [4].

### 5.3.2 Microestructura aleación Ti6Al4V con diferentes tratamiento térmicos

Con el aumento de la temperatura de tratamiento, y el enfriamiento lento desde la temperatura de tratamiento, la fase  $\alpha$  comienza a nuclear en los bordes de grano  $\beta$ . Tal como se muestra en la figura 23, cuanto mayor es la temperatura de tratamiento, mayor es el grano formado por la fase  $\beta$ , y mayor es el borde de grano compuesto por fase  $\alpha$ , ya que a mayor temperatura, aumenta el efecto de difusión.

a)b)c)

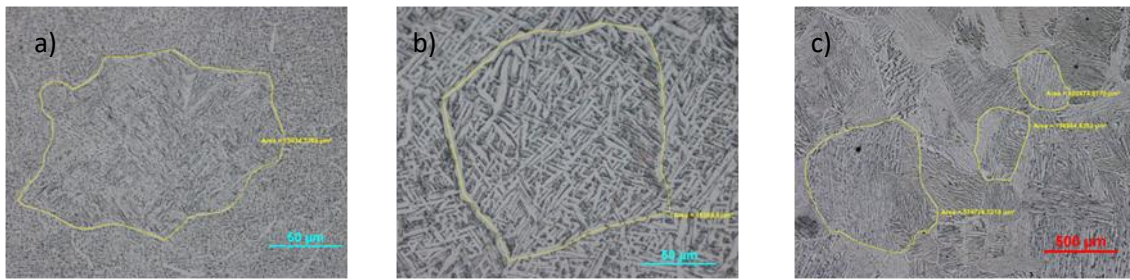


Fig. 23. Evolución del tamaño de grano desde a) 850°C, b) 940°C y c) 1.060°C.

Tanto en el tratamiento a 940°C (figura 23.b), como en el tratamiento a 1060°C (figura 23,c), se hace más evidente el crecimiento de la fase  $\alpha$  en forma de láminas. La estructura laminar resultante se compone de gruesas placas de fase  $\alpha$ , y finas placas de fase  $\beta$  formando las colonias alfa.

### 5.3.3 Tamaño de grano

Tabla 6: Evolución del tamaño de grano en la aleación estudiada.

	MEDIA DEL TAMAÑO DE GRANO (X-Y) (X-Z).		
	Tratamiento a 850 °C	Tratamiento a 940 °C	Tratamiento a 1060 °C
Plano X-Y	88,3 ± 39,6	111,6 ± 28,9	509,2 ± 193,0
Plano X-Z	59,0 ± 20,2	206,0 ± 41,2	561,4 ± 74,6
ANISOTROPÍA ENTRE PLANOS	33,1%	45,8%	9,3%

La incertidumbre expandida (U) se ha obtenido multiplicando la incertidumbre típica combinada por el factor de cobertura  $k=2$  que, para una distribución normal, corresponde a una probabilidad de aproximadamente el 95%.

En todos los casos de estudio se produce un aumento del tamaño medio de grano, en términos absolutos, de las dimensiones estudiadas, tal como se muestra en la tabla 6.

Se aprecia un aumento progresivo, tanto en el plano XY como en el plano XZ, del tamaño de grano. La anisotropía entre planos disminuye considerablemente a partir del tratamiento a 1060°C, tal como se muestra en la figura 24.

Los límites de grano se consideran defectos interfaciales. En este caso, se debe a la diferencia de orientación de los planos cristalográficos de cada uno de los granos. Estos límites de grano acumulan una energía denominada energía de límite de grano o interfacial. Al aumentar la temperatura, se produce un aumento del tamaño de grano, con el fin de disminuir la energía de límite de grano [7].

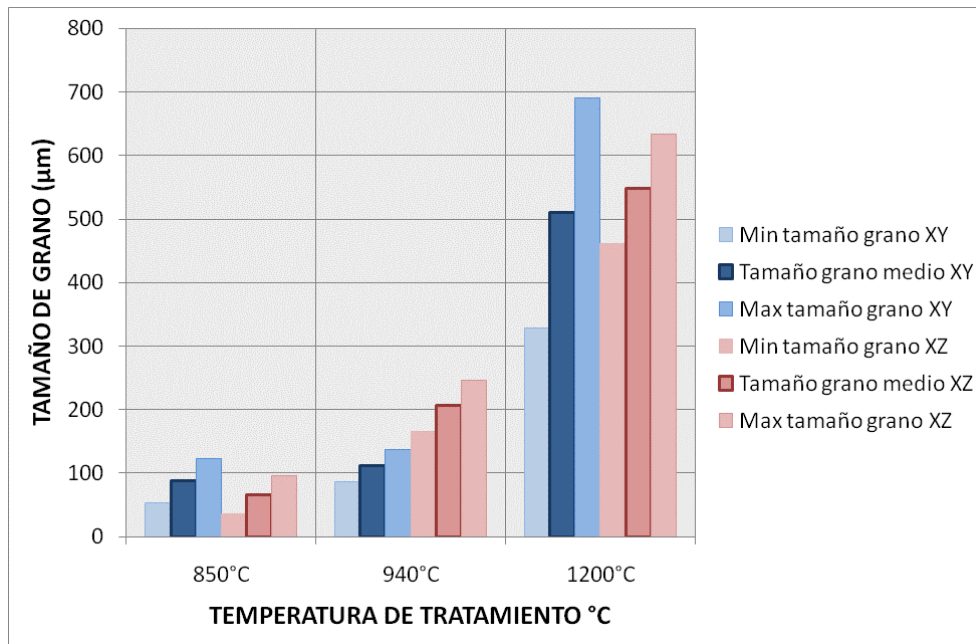


Fig. 24. Evolución del tamaño de grano en función del tratamiento térmico aplicado.

A la hora de determinar el tamaño de grano en cada uno de los planos se debe tener en cuenta que, al tratarse de granos columnares, las secciones de grano en el plano XY suelen presentar una sección representativa del grano, ya que son perpendiculares al eje de crecimiento del grano; mientras que en el caso de las secciones de grano en el plano XZ depende de la proximidad del corte al diámetro mayor del grano.

### 5.3.4 Borde de grano

Tabla 7: Evolución del espesor de borde de grano en la aleación estudiada.

	MEDIA DEL ESPESOR DE BORDE DE GRANO $\alpha$		
	Tratamiento a 850 °C	Tratamiento a 940 °C	Tratamiento a 1060 °C
Plano X-Y	2,5 ± 0,5	4,8 ± 0,9	14,4 ± 3,4
Plano X-Z	3,1 ± 0,6	5,4 ± 0,6	15,3 ± 2,9
ANISOTROPÍA ENTRE PLANOS	19,4%	11,1%	5,9%

La incertidumbre expandida (U) se ha obtenido multiplicando la incertidumbre típica combinada por el factor de cobertura  $k=2$  que, para una distribución normal, corresponde a una probabilidad de aproximadamente el 95%.

El borde de grano representa la fase  $\alpha$  que crece en los bordes de grano de la fase  $\beta$  durante el enfriamiento lento dentro del horno.

De la misma manera que para el tamaño de grano, en esta característica microestructural se aprecia un aumento, tanto en el plano XY como en el plano XZ, del borde de grano, tal como se muestra en la tabla 7 y en la figura 25.

Para determinar el borde de grano, se realiza medición directa mediante microscopía óptica, como se aprecia en la figura 26.

Al aumentar el tamaño de grano (fase  $\beta$ ), disminuye el número de granos, y por tanto la fase  $\alpha$ , constituyente del borde de grano se reparte alrededor del resto de granos.

La anisotropía entre planos disminuye conforme aumenta la temperatura del tratamiento, tanto para el tratamiento a 940°C, como para el tratamiento a 1.060°C

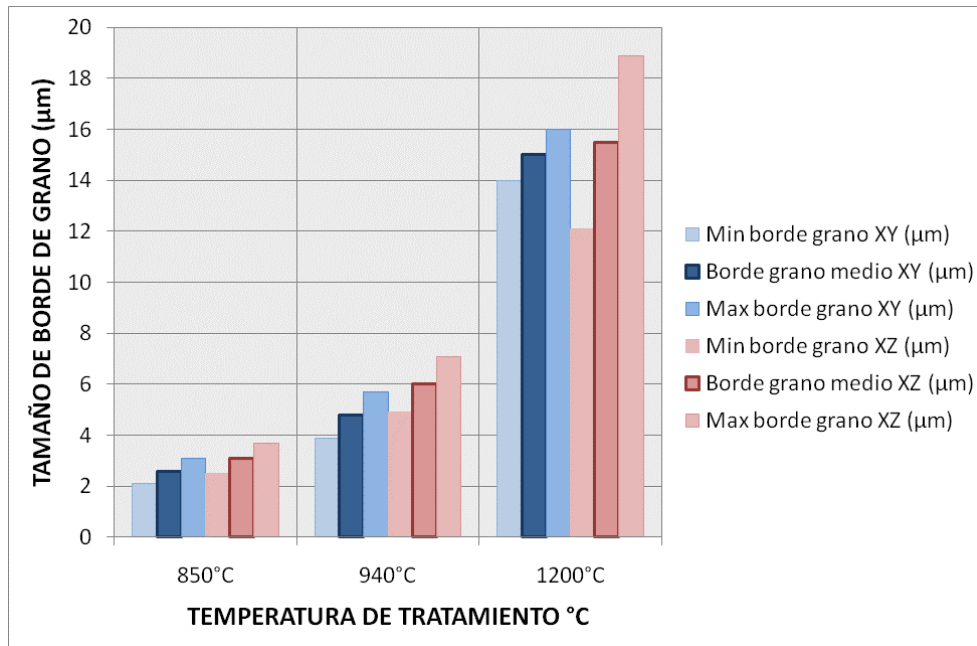


Fig. 25. Evolución del espesor del borde de grano de la fase  $\alpha$  entre los granos  $\beta$  en función de la temperatura de tratamiento.

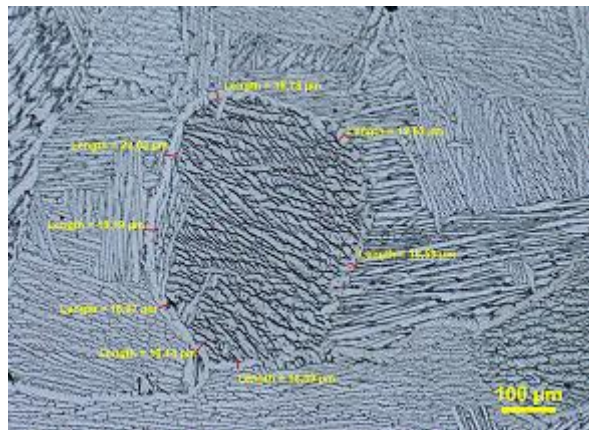


Fig. 26. Medida de borde de grano en una muestra tratada a 1.060°C.

### 5.3.5 Colonias alfa

Tabla 8: Evolución del tamaño de las colonias alfa en la aleación estudiada.

	MEDIA DEL TAMAÑO DE COLONIAS ALFA		
	Tratamiento a 850 °C	Tratamiento a 940 °C	Tratamiento a 1060 °C
Plano X-Y	35,7 ± 4,0	39,1 ± 6,9	215,7 ± 64,2
Plano X-Z	93,3 ± 30,1	94,1 ± 13,3	228,7 ± 94,7
ANISOTROPÍA ENTRE PLANOS	61,7%	57,2%	5,7%

La incertidumbre expandida (U) se ha obtenido multiplicando la incertidumbre típica combinada por el factor de cobertura  $k=2$  que, para una distribución normal, corresponde a una probabilidad de aproximadamente el 95%.

El crecimiento de colonias alfa es característico de la microestructura lamelar o de Widmanstätten, que se produce por enfriamiento lento desde temperaturas superiores a la  $\beta$ -transus.

Por este motivo, no se aprecia crecimiento de colonias alfa en los tratamientos a temperaturas inferiores a 1060°C, tal como se aprecia en la tabla 8.

Para el tratamiento a 1060°C se aprecia un crecimiento significativo de colonias alfa, tanto en número como en tamaño, según se puede comprobar en la figura 27. El aumento del tamaño de las colonias puede ser debido al engrosamiento del tamaño de grano, que genera colonias más grandes. Por otro lado, tal como se ha comentado anteriormente, el enfriamiento lento desde temperaturas superiores a la  $\beta$ -transus permite la difusión controlada desde las fases  $\alpha$  y  $\beta$  cuando la temperatura disminuye por debajo de la  $\beta$ -transus. En ese momento, la fase  $\alpha$  comienza a nuclear en los bordes de grano  $\beta$ , provocando el crecimiento de la fase  $\alpha$  en forma de láminas, por este motivo, en los tratamientos realizado a temperaturas superiores a  $\beta$ -transus, se aprecia un mayor número de colonias alfa.

De igual manera que el mayor crecimiento de colonas alfa se aprecia en las muestras tratadas a 1.060°C, la disminución de la anisotropía entre planos también se aprecia significativamente en estas muestras, mientras que para las muestras tratadas por debajo de la temperatura  $\beta$ -transus, no se aprecia reducción significativa en la anisotropía entre planos referente al tamaño de las colonias alfa.

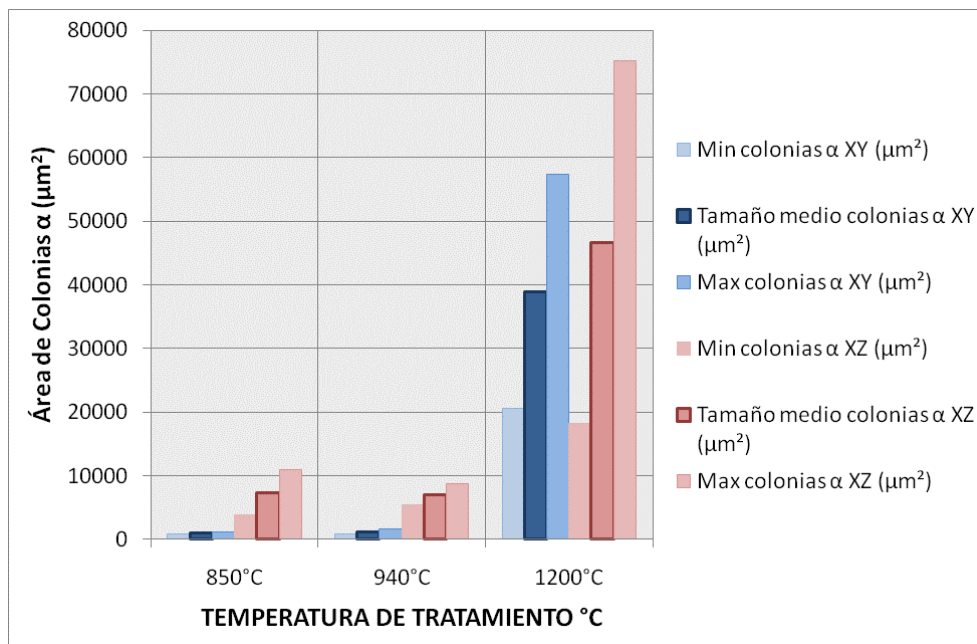


Fig. 27. Evolución del tamaño de colonias  $\alpha$  en función de la temperatura de tratamiento.

### 5.3.6 Placas alfa

Tabla 9: Evolución del tamaño placas alfa en la aleación estudiada.

	MEDIA DEL TAMAÑO DE PLACA ALFA		
	Tratamiento a 850 °C	Tratamiento a 940 °C	Tratamiento a 1060 °C
Plano X-Y	1,8 ± 0,2	3,0 ± 0,5	10,6 ± 2,4
Plano X-Z	2,0 ± 0,3	3,5 ± 0,6	8,9 ± 2,1
ANISOTROPÍA ENTRE PLANOS	10,0%	14,3%	16,0%

La incertidumbre expandida (U) se ha obtenido multiplicando la incertidumbre típica combinada por el factor de cobertura k=2 que, para una distribución normal, corresponde a una probabilidad de aproximadamente el 95%.

Las colonias alfa características de la estructura lamelar o de Widmanstätten están compuestas por gruesas capas de fase  $\alpha$  entre finas capas de fase  $\beta$ , en forma de cesta.

De manera similar a lo ocurrido con las colonias alfa, en este caso el crecimiento del grano  $\alpha$  en las colonias alfa es poco significativo para los tratamientos realizados por debajo de la temperatura  $\beta$ -transus, como se aprecia en la tabla 9 y en la figura 28.

Para el tratamiento a 1060°C el crecimiento del tamaño de grano  $\alpha$  dentro de las colonias alfa es mucho más acusado.

Al contrario de lo que venía produciéndose al estudiar las características microestructurales de la aleación, la anisotropía entre planos aumenta al aumentar la temperatura de tratamiento.

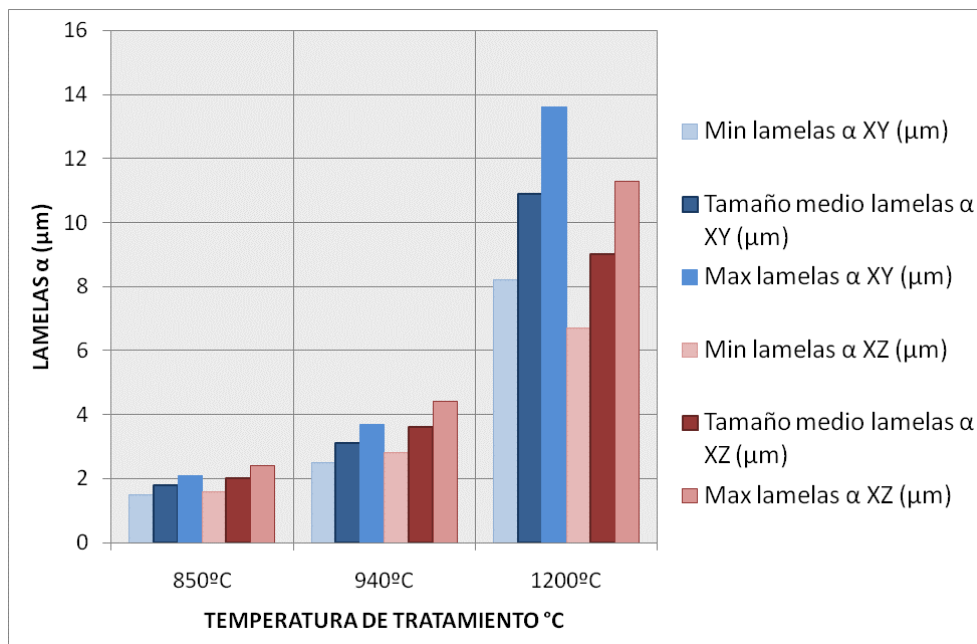


Fig. 28. Evolución del tamaño de placas  $\alpha$  en función de la temperatura de tratamiento.

El engrosamiento de las placas  $\alpha$  probablemente es debido a la difusión de elementos de aleación y a la precipitación de fase  $\alpha$  en los bordes de grano con el aumento de la temperatura. Después del tratamiento térmico a 1060°C se observa una reducción de la anisotropía en relación al tamaño de grano, modificándose la morfología de los granos columnares a granos equiaxiales. Esto puede ser debido, probablemente, a la ausencia de fase

$\alpha$  en la matriz, lo cual permite que los granos  $\beta$  columnares tuvieran libertad para reorganizarse en una morfología más equiaxial, la cual tiene una energía más baja y una morfología estable [9].

**El estudio microestructural ha permitido concluir que el aumento de la temperatura de tratamiento genera un aumento del tamaño de grano, asociado a un aumento del borde de grano. El aumento de las características microestructurales relacionadas con la microestructura Widmanstätten (colonias alfa y placas alfa) sólo se observa claramente una vez superada la temperatura de transformación alotrópica. En el presente estudio, este aumento se pone de manifiesto en las muestras tratadas a 1.060°C.**

#### 5.4 Caracterización mecánica

La caracterización mecánica permitió comparar la evolución del módulo elástico a compresión de la aleación Ti6Al4V en función del tratamiento térmico aplicado, y la dirección de fabricación (plano XY ó XZ). El módulo elástico a compresión del Ti6Al4V de forja es muy similar al de tracción (módulo de Young) [7]. Además, en cualquier condición de tratamiento térmico, el módulo a compresión excederá ligeramente al módulo de Young de tracción.

La figura 29 muestra las gráficas de los tratamientos a compresión para cada uno de los tratamientos térmicos aplicados en el proyecto, en la que se puede observar claramente el comportamiento elástico y el comportamiento plástico del material.

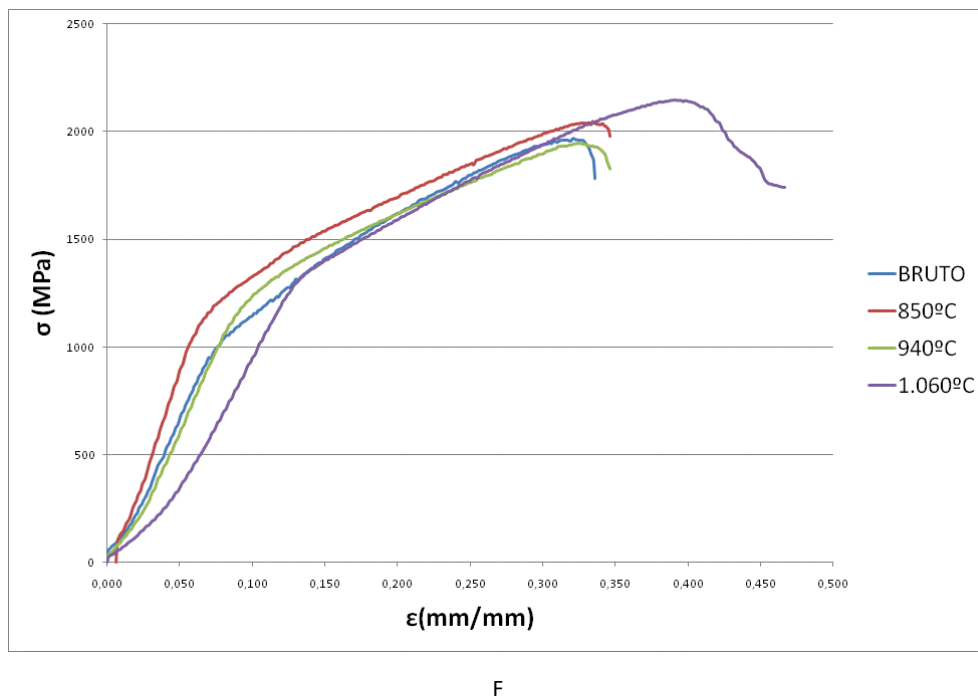


Fig. 29. Comparación del comportamiento mecánico del material en la dirección XY para cada uno de los tratamientos térmicos aplicados.

A partir de estas gráficas, fue posible obtener el módulo elástico de cada una de las muestras, tanto en la dirección XY como en la dirección XZ. La figura 30 muestra el módulo elástico del material, en bruto, en cada una de las direcciones objeto de estudio.



Caracterización de una aleación Ti6Al4V obtenida mediante Electron Beam Melting.  
Tratamientos Térmicos para la mejora de las propiedades mecánicas.

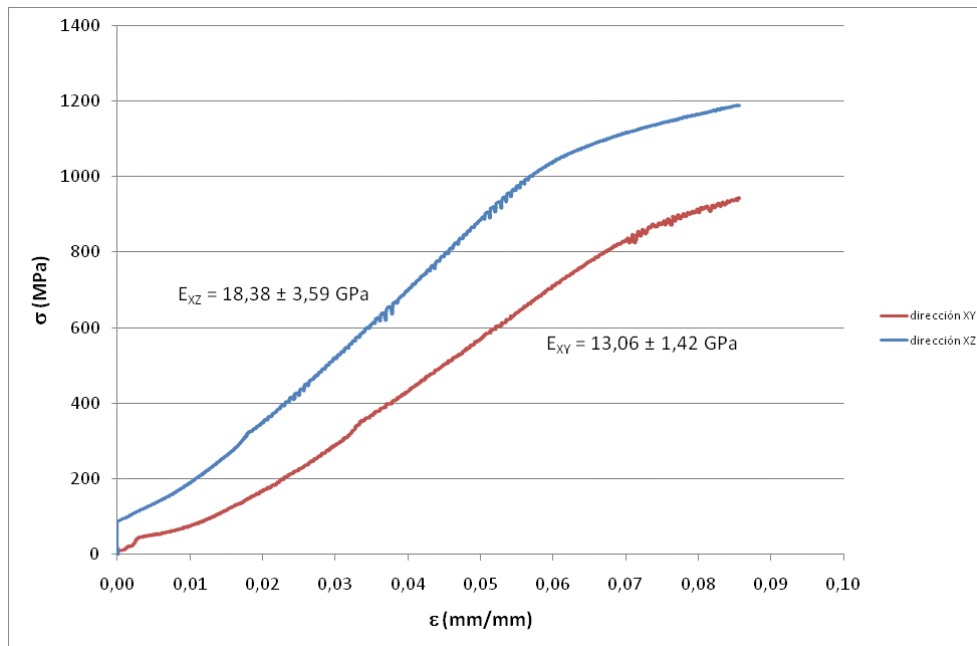


Fig. 30. Diferencia de módulo elástico según dirección de fabricación para las muestras en estado original (sin tratamiento térmico) .

La figura 31, muestra el módulo elástico del material tratado a 850°C, tanto en la dirección XY como en la dirección XZ. Este comportamiento responde, previsiblemente, a que a estas temperaturas de tratamiento, el tamaño de grano, prácticamente no se ha modificado, permaneciendo la presencia de granos columnares en la dirección de fabricación (eje Z).

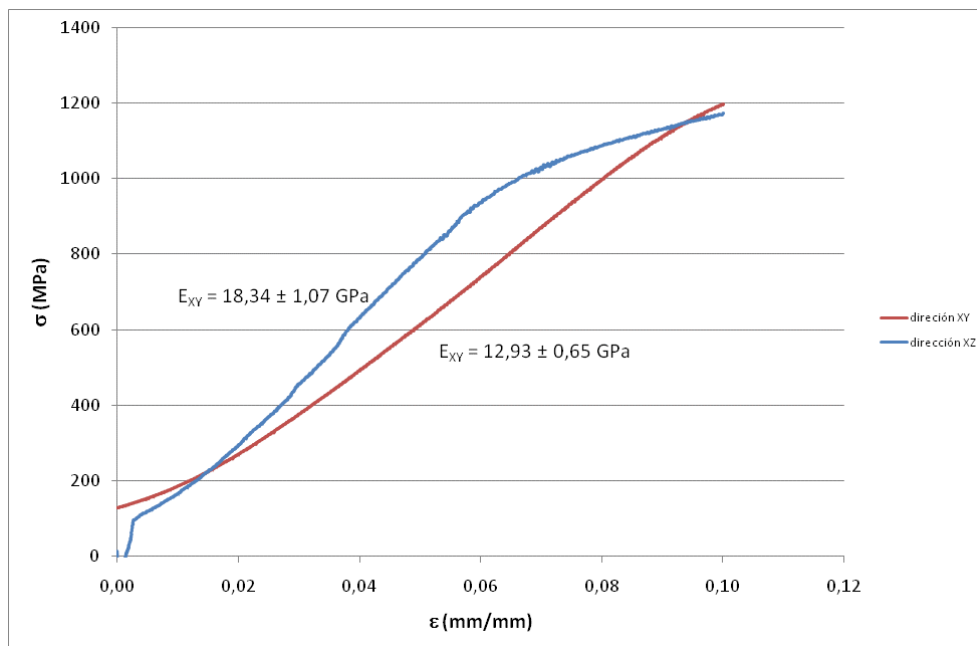


Fig. 31. Diferencia de módulo elástico según dirección de fabricación para las muestras con tratamiento térmico a 850°C.

Sin embargo, para los otros tratamientos térmicos aplicados a mayor temperatura, la anisotropía entre planos tiende a reducirse drásticamente, tal como se muestra en figura 32.

Caracterización de una aleación Ti6Al4V obtenida mediante Electron Beam Melting.  
Tratamientos Térmicos para la mejora de las propiedades mecánicas.

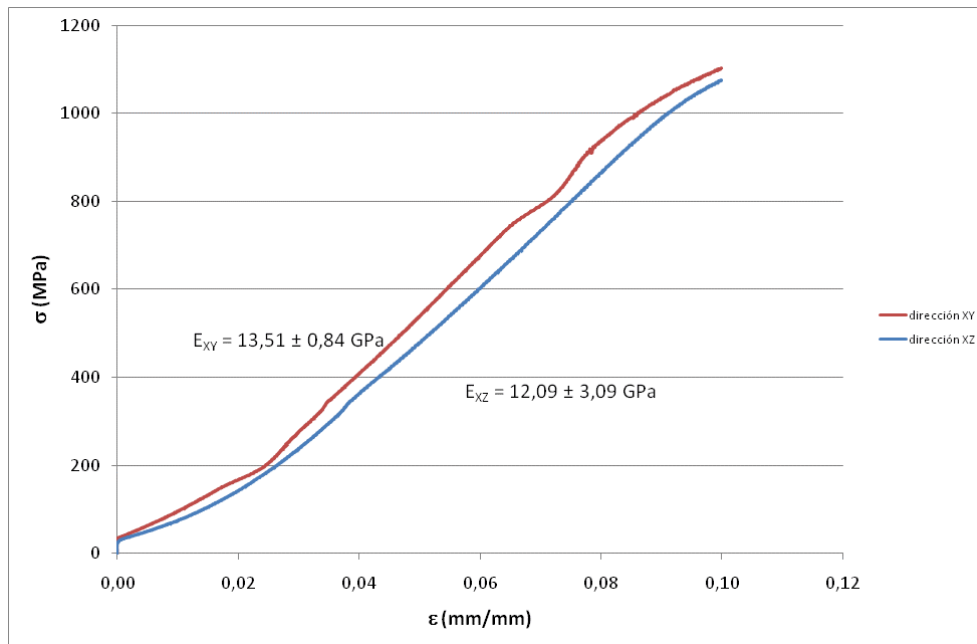


Fig. 32. Diferencia de módulo elástico según dirección de fabricación para las muestras con tratamiento térmico a 940°C.

Finalmente, conforme aumenta la temperatura de tratamiento y se sobrepasa la temperatura de transformación alotrópica  $\beta$ -transus, se aprecia una disminución del módulo elástico en ambas direcciones de fabricación tal como se observa en la figura 33. Esta disminución de la resistencia (expresada como módulo elástico) viene acompañada de un ligero aumento de la ductilidad de la aleación, como se puede apreciar en la figura 29.

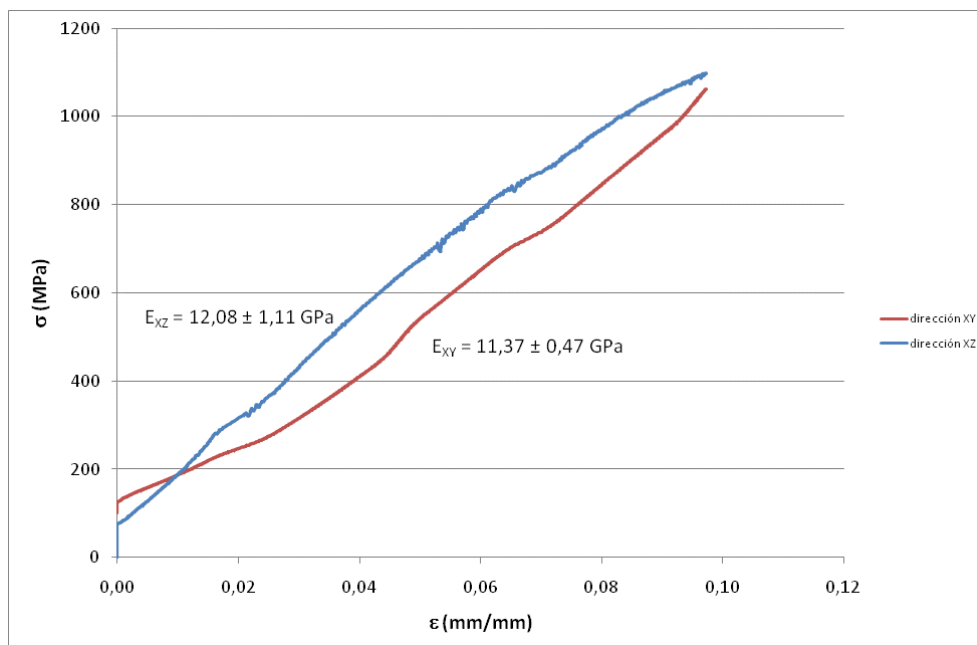


Fig. 33. Diferencia de módulo elástico según dirección de fabricación para las muestras con tratamiento térmico a 1060°C.

La tabla 10 muestra un resumen del módulo elástico para todas las condiciones estudiadas, así como la evolución de la anisotropía entre planos.

Caracterización de una aleación Ti6Al4V obtenida mediante Electron Beam Melting.  
Tratamientos Térmicos para la mejora de las propiedades mecánicas.

Tabla 10: Módulo elástico para las diferentes condiciones estudiadas.

Módulo elástico, E [GPa]	EN BRUTO (SIN TRATAMIENTO TÉRMICO)	Tratamiento a 850 °C	Tratamiento a 940 °C	Tratamiento a 1060 °C
Plano X-Y	13,06 ± 1,42	12,93 ± 0,65	12,09 ± 3,090	11,37 ± 0,47
Plano X-Z	18,38 ± 3,59	18,34 ± 1,07	13,51 ± 0,84	12,08 ± 1,11
ANISOTROPÍA ENTRE PLANOS	28,94%	29,50%	10,51%	5,88%

En general, la aleación en estado original (sin tratamiento térmico) y la que tiene un tratamiento térmico a 850°C, presentan un valor de módulo elástico muy similar, una anisotropía entre planos cercana al 30%.

Las propiedades mecánicas de las aleaciones de Titanio  $\alpha+\beta$  dependen fuertemente de la morfología y distribución de la fase  $\alpha$ . En el caso de aleaciones con microestructura lamelar, se ha demostrado que el espesor de las láminas  $\alpha$  y el diámetro de sus colonias tienen un efecto más significativo sobre las propiedades mecánicas [10]. La anchura de las placas  $\alpha$  es muy crítica para determinar la resistencia de la aleación, porque con una estructura fina  $\alpha+\beta$ , se reduce la longitud de deslizamiento de las dislocaciones, lo que contribuye a aumentar la resistencia en la aleación.

En la Tabla 11 se muestran los valores de microdureza Vickers obtenido para las distintas condiciones estudiadas. Se observa un aumento significativo, si se compara con el estado original, al aplicar los tratamientos térmicos. El valor de la anisotropía entre planos disminuye con el aumento de la temperatura de tratamiento térmico, hasta el tratamiento a 940°C, y vuelve a aumentar, nuevamente, con el tratamiento a 1.060°C. La dureza aumenta a medida que aumenta la temperatura de tratamiento y según Vilaro et al. [11], esto puede atribuirse al crecimiento de las placas  $\alpha$  para tratamientos sub-transus, mientras que para tratamientos por encima de 900°C, el aumento de la dureza se debe a la presencia de fase  $\alpha'$  (martensita) fina que se produce durante el enfriamiento, así como la presencia de la fase  $\alpha$  fina.

Tabla 11: Módulo elástico para las diferentes condiciones estudiadas.

	Dureza Vickers HV1			
	En bruto	Tratamiento a 850 °C	Tratamiento a 940 °C	Tratamiento a 1060 °C
Plano X-Y	327	354,5	355,1	359,9
Plano X-Z	310	341,0	353,0	368,0
ANISOTROPÍA ENTRE PLANOS	5,5%	4,0%	0,6%	2,2%

### 5.5 Selección del tratamiento térmico.

Por todo lo expuesto anteriormente, el tratamiento térmico por encima de la temperatura de transformación alotrópica (1.060°C) es el que mejor cumple con los objetivos del presente trabajo, por cuanto:

- Genera mayor modificación microestructural, con mayor crecimiento de grano y generación de microestructura Widmanstätten.
- Confiere al material mayor dureza y mayor ductilidad<sup>1</sup>.
- Reduce el módulo elástico del material.
- Reduce la anisotropía entre planos generada como consecuencia del proceso de fabricación.

<sup>1</sup>El aumento de la dureza y la ductilidad parecen contradictorios, puesto que mayor dureza parece ir relacionado con un aumento de la rigidez. Para analizar estos datos sería conveniente realizar un estudio de microdurezas en cada una de las fases existentes en la aleación, ya que las medidas de dureza realizadas durante la investigación arrojan una elevada variabilidad.

# CONCLUSIONES



## 6 CONCLUSIONES

La principal aplicación de los tratamientos térmicos sobre piezas obtenidas por fabricación aditiva es la mejora de las propiedades mecánicas estáticas y dinámicas. Esta mejora se obtiene como consecuencia de la reducción de la anisotropía entre planos de las piezas, causada por el método de fabricación y de la variación microestructural. Se puede concluir, por tanto, que:

- Con la aplicación de tratamientos térmicos, en particular los estudiados en el presente Trabajo Fin de Grado, se pueden equiparar, en propiedades mecánicas, las piezas obtenidas por fabricación aditiva (EBM) con las piezas de Ti6Al4V obtenidas por métodos de fundición y colada/inyección.
- En general, con la aplicación de tratamientos térmicos, se reduce la anisotropía entre planos y se consigue una homogenización de la microestructura y de las propiedades mecánicas.
- Los tratamientos térmicos por debajo de la temperatura de inicio de transformación alotrópica (850°C), no generan cambios estructurales suficientes para modificar el comportamiento mecánico del material.
- Los tratamientos térmicos por encima de la temperatura de inicio de la transformación alotrópica (940°C), pero sin llegar a la temperatura de finalización de transformación alotrópica, generan pocos cambios respecto al aspecto de la microestructura, aunque se aprecia una considerable reducción de la anisotropía del material.
- Los tratamientos térmicos por encima de la temperatura de finalización de la transformación alotrópica –  $\beta$ -transus (1.060°C), generan grandes cambios en el aspecto de la microestructura, así como una reducción drástica de la anisotropía a costa de una disminución de las propiedades mecánicas a compresión (módulo elástico).
- La reducción de la anisotropía responde, principalmente al cambio de estructura del material, al superar la temperatura de inicio de transformación alotrópica, pasado de fase  $\alpha$  a fase  $\beta$ , y su posterior reorganización durante el enfriamiento lento dentro del horno.
- Los tratamientos térmicos por encima de la temperatura de finalización de la transformación alotrópica se postulan como apropiados para el tratamiento de piezas destinadas a la industria quirúrgica, por cuanto que, cuanto menor sea la diferencia entre el módulo elástico del hueso y la del material de implante, mayor y mejor será el proceso de osteointegración de la prótesis.
- Además, el tratamiento térmico por encima de la temperatura de finalización de transformación alotrópica, confiere al material mayor ductilidad, en detrimento, como se ha comentado anteriormente, de la resistencia máxima y del módulo elástico.
- El aumento de la temperatura de tratamiento genera un aumento del tamaño de grano, asociado a un aumento del borde de grano. El aumento de las características microestructurales relacionadas con la microestructura Widmanstätten sólo se observa una vez superada la temperatura de transformación alotrópica.





# PRESUPUESTO



Caracterización de una aleación Ti6Al4V obtenida mediante Electron Beam Melting.  
Tratamientos Térmicos para la mejora de las propiedades mecánicas.

## 7 PRESUPUESTO

En la tabla 12 se detalla de forma desglosada el coste de realización del presenta trabajo.

Tabla 12: Presupuesto de ejecución.

CONCEPTO	UNIDAD	PRECIO UNITARIO	TOTAL
<b>1. Obtención y preparación de muestras</b>			
Titanio en polvo	0,942 Kg	165,00 €/Kg	155,51 €
Fabricación de piezas por fusión por haz de electrones	10 Ud.	200,00 €	2.000,00 €
Total obtención y preparación de muestras			<b>2.155,51 €</b>
<b>2. Caracterización y ensayos</b>			
Preparación de muestras para metalografía	12 Ud.	39,19 €	470,28 €
Determinación de dureza vickers HV 0,05 a HV 100 s/ UNE EN ISO 6507-1:2006	4 Ud.	28,82 €	115,28 €
Estudio metalográfico	8 Ud.	96,63 €	773,04 €
Mecanización de probetas cilíndricas con reducción de sección $\leq 40$ mm	12 Ud.	35,00 €	420,00 €
Dilatometría	10 Ud.	120,00 €	1.200,00 €
Ensayo de compresión	8 Ud.	39,96 €	319,68 €
Total caracterización y ensayos			<b>3.298,28 €</b>
<b>3. Costes de personal</b>			
Recursos humanos (horas)	562 h.	19,42 €/h	10.914,04 €
Total coste de personal			<b>10.914,04 €</b>
<b>TOTAL PRESUPUESTO DE EJECUCIÓN</b>			<b>16.367,83 €</b>



# APLICACIONES



## **8 APLICACIONES**

La principal aplicación del tratamiento térmico a temperaturas superiores a la  $\beta$ -transus, durante 2 horas, seguido de un enfriamiento en el horno es la modificación de la microestructura inicial del material, consiguiendo un material más dúctil, reduciendo la anisotropía entre planos y el módulo elástico del material.

Un material de estas características es idóneo para su aplicación en el sector quirúrgico y biomédico, puesto que a la ya conocida biocompatibilidad del titanio, se une la reducción del módulo elástico, reduciendo la diferencia entre el módulo elástico del hueso receptor y la del material de aporte o implante.

Las técnicas de fabricación aditiva, en este caso Electron Beam Melting, que permiten la obtención de productos de gran complejidad estructural sin necesidad de utilización de moldes - a la medida exacta de las necesidades de cada paciente-, unidas a los tratamientos térmicos descritos en el presente Trabajo Fin de Grado son un importante avance en la industria biomédica, por cuanto se garantizan piezas y componentes de gran calidad dimensional y excelente comportamiento mecánico.





# REFERENCIAS



## 9 REFERENCIAS

- [1]. Tarín, P. *El Titanio y sus aleaciones. Estado Actual. I Parte. Obtención, proceso, propiedades y elementos de aleación*. Madrid. Ed. Febrero 1999.
- [2] Stanford, N., Bate, P.S. *Crystallographic variant selection in Ti-6Al-4V*. Acta Mater, vol 52, 5215-5224. 2004.
- [3]. Vicente, Á. *Análisis del efecto de los aleantes en titanio pulvimetalúrgico*. Valencia. Trabajo Fin de Máster. 2014.
- [4] Gil, F.J., Planell, J.A. *Aplicaciones biomédicas del titanio y sus aleaciones*. Biomecánica. Vol 1, 34-42. 1993.
- [5] Herraiz, E. *Estudio de aleaciones de titanio pulvimetalúrgicas con adición de Fe y Cr*. Madrid. Trabajo Fin de Grado. 2012.
- [6] Delgado, J. *Estudio de la influencia sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de la altura de fabricación para la aleación Ti6Al4V Eli procesada mediante la tecnología aditiva Electron Beam Melting*. Valencia. Trabajo Fin de Máster.
- [7]. Callister, W.D. *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. Barcelona Editorial Reverté, S.A. 1998.
- [8] Vrancken, B., Thijs, L., Kruth, J.P., Humbeeck, J.V. *Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties*. Journal of Alloys and Compounds. 2012.
- [9] Raghavan, S., Nai, L.S., Wang, P., Sin, W.J., Li, T., Wei, J. *Dependence of microstructure and mechanical properties on heat treat cycles of electron beam melted Ti6Al4V*. Proceedings of the 26<sup>th</sup> Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium, 705-713. 2016.
- [10] Sieniawski, J., Ziaja, W., Kubiak, K., Motyka, M. *Microstructure and mechanical properties of high strength two-phase titanium alloys*. Titanium Alloys-Advances in Properties Control, 69-80. 2013.
- [11] Vilaro, T., Colin, C., Bartout, J.D. *As-fabricated and heat-treated microstructure of the Ti6Al4V alloy processed by Selective Laser Melting*. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol 42, Nº 10, 3190-3199. 2011.
- [12] Welsch, G., Boyer, R., Collings, E.W. *Materials properties handbook: titanium alloys*. ASM international. 1993.
- [13] Rodríguez, G.P., Herranz, G. y Romero, A. *Solar gas nitriding of Ti6Al4V alloy*. Ciudad Real. 2013.
- [14] Bruno, J., Rochman, A., Cassar, G. *Effects of build orientation of Electron Beam Melting and microstructure and mechanical properties of Ti6Al4V*. Journal of Materials Engineering and Performance, Vol 2, Nº 26, 692-703. 2017.
- [15] De Formanoir, C., Michotte, S., Rigo, O., Germain, L., Godet, S. *Electron beam melted Ti6Al4V: Microstructure, texture and mechanical behavior of the as-built and heat-treated material*. Materials Science and Engineering: A, 652, 105-119. 2016.

- [16] Ervin, J.K. *Post heat treatment effects of Ti6Al4V produced via Solid Freeform Electron Beam Melting*. Master Thesis, North Carolina State. 2008.
- [17] Gil, F.J., Ginebra, M.P., Manero, J.M., Planell, J.A. *Formation of alpha-Widmanstätten structure: effects of grain size and cooling rate on the Widmanstätten morphologies and on the mechanical properties in Ti6Al4V alloy*. J. Alloy Compd. Vol 329, 142-152. 2001.
- [18] Galarraga, H., Warren, R.J., Lados, D.A., Dehoff, R.R., Kirka, M.M., Nandwara, P., *Effects of heat treatments on microstructure and properties of Ti6Al4V ELI alloy fabricated by Electron Beam Melting (EBM)*. Materials Science and Engineering: A, Vol 685, 417-428. 2017.
- [19] Leyens, C., Peters, M. *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*. John Wiley & Sons Ed. 2003.
- [20] Murr, L.E., Quinones, S.A., Gaytan, S.M., López, M.I., Rodela, A., Martínez, E.Y., and others. *Microstructure and mechanical behavior of Ti6Al4V produced by rapid-layer manufacturing, for biomedical applications*. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, Vol. 2, 20-32. 2009.
- [21] Koike, M., Greer, P., Owen, K., Lilly, G., Murr, L.E., Gaytan, S.M., and others. *Evaluation of Titanium alloys fabricated using rapid prototyping technologies – Electron Beam Melting and Laser Beam Melting* Materials, Vol 4, 1776-1792. 2011.
- [22] Qian, M., Xu, W., Brandt, M., Tang, H.P. *Additive manufacturing and postprocessing of Ti6Al4V for superior mechanical properties*. MRS Bulletin, 41 (10), 775-784. 2016.
- [23] Shunmugavel, M., Polishetty, A., Littlefair, G. *Microstructure and mechanical properties of wrought and additive manufactured Ti6Al4V cylindrical bars*. Procedia Technology, Vol 20, 231-236. 2015.
- [24] Ahmed, T., Rack, H.J. *Phase transformation during cooling in  $\alpha+\beta$  titanium alloys*. Materials Science and Engineering: A 243, 206-211. 1998.