

PROYECTOS DE INVESTIGACIÓN 2015

MEMORIA DEL PROYECTO Nº 18

1. DATOS DEL PROYECTO

Título: Obtención y caracterización mecánica de piezas de titanio comercial puro mediante la técnica de spark plasma sintering (SPS). Estudio de la influencia de los tratamientos de shot peening en su comportamiento mecánico y a corrosión.

Investigador/a/es responsable/es: Inés Fernández Pariente

Tfno: 985 18 19 92

E-mail: inesfp@uniovi.es

Otros investigadores: Adolfo Fernández, Elisa Fernández García

Empresas o instituciones colaboradoras: Centro de Investigación en Nanomateriales y Nanotecnología

2. MEMORIA DESCRIPTIVA DEL PROYECTO

2.1 Resumen ejecutivo

El titanio es un material muy utilizado debido a su bajo peso, propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión, además de presentar un comportamiento biocompatible. El titanio comercial puro (Ti-cp) es utilizado en la fabricación de prótesis maxilofaciales al presentar propiedades adecuadas sin necesidad de recurrir a elementos de aleación perjudiciales en algunos casos para la salud.

Actualmente los procesos más comunes en la fabricación de estas prótesis están basados en el mecanizado por arranque de viruta, lo que implica una gran pérdida de material encareciendo el producto. La pulvimetalurgia representa una opción alternativa, aunque hasta hace poco era una opción poco viable debido a las peores propiedades que ofrecía.

El SPS (Spark Plasma Sintering) es una tecnología basada en la pulvimetalurgia que se presenta como una competente alternativa ya que es capaz de introducir mejoras a nivel de propiedades mecánicas, biocompatibilidad y resistencia a la corrosión además de reducir el tiempo de fabricación con respecto a la pulvimetalurgia convencional (minutos frente a horas). El Centro de Investigación en Nanomateriales y Nanotecnología, situado en El Entrego (Asturias), es un referente mundial en esta tecnología, pues dispone de equipamiento único en el mundo para desarrollar materiales nanoestructurados de importantes dimensiones, no obtenidos hasta el momento con otros equipos de similares características.

En este trabajo se fabricaron mediante esta tecnología muestras de 20mm de diámetro y 1,5mm espesor a partir de polvos de Ti-cp con distintas granulometrías (polvo comercial de 150µm con formas irregular y esférica, y polvo obtenido mediante molienda de formas irregulares y de tamaños menor de 30µm), consiguiendo en todos los casos materiales con densificaciones superiores al 95%. Los materiales obtenidos fueron caracterizados microestructuralmente mediante microscopía óptica. Posteriormente se caracterizaron mediante ensayos de Small Punch Test (SPT) con el fin de comparar sus propiedades

mecánicas, y mediante ensayos de polarización para evaluar su comportamiento a la corrosión. Estos ensayos se realizaron utilizando como reactivo Ringer Lactato, disolución que simula fluidos corporales. Se realizaron además medidas de microdureza de los materiales obtenidos.

Posteriormente, con el fin de modificar la rugosidad superficial hacia valores de interés, se sometieron a tratamientos de Shot Peening (SP) muestras de diámetro 20mm y espesores de 2,5mm de la serie que mejores propiedades mostraba. El SP es un tratamiento superficial de deformación plástica en frío que consiste en hacer impactar un flujo de esferas contra una superficie metálica causando deformaciones plásticas y dejando huellas que modifican la rugosidad de la muestra, además de inducir un endurecimiento superficial por deformación y un campo de tensiones residuales de compresión, contribuyendo a mejorar las propiedades mecánicas del material.

Este tratamiento también se aplicó de manera severa, aumentando los tiempos de aplicación y las coberturas (Severe Shot Peening, SSP), con la intención de aumentar los efectos anteriores, y disminuir la dimensión de los granos de las capas superficiales incluso hasta dimensiones nanométricas, contribuyendo a mejorar aún más las propiedades mecánicas y la resistencia a la corrosión.

2.2 Objetivos iniciales del proyecto y grado de consecución

Los objetivos iniciales incluían la fabricación de los materiales a partir de los polvos de las diferentes granulometrías y la caracterización mecánica de las muestras obtenidas mediante el ensayo de Small Punch Test (SPT) (se conocían de trabajos anteriores la caracterización de los polvos utilizados, así como los ciclos que permitían la sinterización de estos para obtener densificaciones superiores al 95%. Se había estudiado también la microestructura y se había medido la dureza de las distintas muestras).

Una vez llevada a cabo la caracterización mecánica se realizaron tratamientos de Shot Peening (SP) y Severe Shot Peening (SSP) sobre las muestras que mostraban mejores propiedades mecánicas (que además coinciden con las que presentan mejores valores de polarización, mayor dureza y un menor precio de fabricación). Estos tratamientos se caracterizaron mediante observación microestructural, medidas de rugosidad, perfiles de microdurezas, de tensiones residuales y del parámetro FWHM (Full Width at Half Maximum), relacionado con el endurecimiento por deformación. Además se realizaron ensayos de polarización, quedando pendientes la estimación de propiedades mecánicas mediante el ensayo de SPT con la capa tratada.

2.3 Tareas realizadas

Una vez caracterizadas las muestras obtenidas a partir de los polvos de Ti-cp de diferentes granulometrías desde el punto de vista de la densidad, microestructuras, dureza y resistencia a la polarización se procedió a preparar las muestras para realizar ensayos de SPT.

Para ello se sinterizaron muestras de 1,5mm de espesor a partir de las tres granulometrías (polvo comercial de 150 μ m con formas irregular y esférica, y polvo obtenido mediante molienda de formas irregulares y de tamaños menor de 30 μ m), a partir de las cuales se prepararon probetas de 10x10mm² y 500 μ m de espesor. Además se preparó una serie de

probetas de las mismas dimensiones a partir de Ti-cp obtenido por metalurgia convencional. Estas muestras se ensayaron mediante SPT y se compararon las propiedades mecánicas entre las distintas series, encontrándose que los mejores resultados correspondían a la serie de las muestras fabricadas con polvo comercial irregular de 150 μ m.

Posteriormente se sinterizaron nuevas muestras a partir del polvo de 150 μ m con forma irregular con espesor de 2,5mm destinadas a los tratamientos de Shot Peening y Severe Shot Peening. Estas se trataron con proyectiles de circonita y intensidad de 10A y coberturas del 100% para el tratamiento de SP y 5000% para el tratamiento severo. Una vez tratadas se realizaron las siguientes medidas y ensayos:

- Medidas de rugosidad sobre la superficie de las distintas probetas tratadas.
- Observación microestructural mediante microscopía óptica evaluando las modificaciones introducidas por los tratamientos de SP y SSP.
- Medidas de perfiles de microdureza en la sección transversal de las muestras.
- Perfil de tensiones residuales y parámetro FWHM (Full Width at Half Maximum, relacionado con el endurecimiento por deformación) mediante técnicas de difracción de rayos X.
- Ensayos de polarización en probetas sumergidas previamente 24h en Ringer Lactato, compuesto químico que simula los fluidos corporales.

Los resultados de estos ensayos fueron analizados y extraídas las conclusiones pertinentes.

2.4 Resultados obtenidos

Una vez optimizados los parámetros de los ciclos de sinterización, los estudios de densidad realizados en las muestras obtenidas a partir de las tres granulometrías (polvos comerciales de tamaño 150 μ m con forma irregular, polvos comerciales de tamaño 150 μ m con forma esférica y polvo obtenido mediante molienda de atricción en medio líquido con tamaño 30 μ m) revelan densidades superiores al 95% en todas las muestras.

Tras la preparación de las probetas (10x10mm² y 500 μ m de espesor) y la realización de los ensayos de Small Punch Test (SPT) los resultados muestran mejores resistencias mecánicas en las series de probetas fabricadas mediante Spark Plasma Sintering (SPS) que en las obtenidas por metalurgia convencional, aunque las muestras obtenidas a partir del polvo con tamaño 30 μ m presentan un comportamiento frágil. De entre las series fabricadas por SPS el mejor comportamiento mecánico lo presentan las muestras fabricadas a partir del polvo comercial irregular de 150 μ m, que además es el polvo más barato.

Posteriormente sobre probetas fabricadas con esta granulometría se realizaron los tratamientos de Shot Peening y Severe Shot Peening utilizando proyectiles de circonita, intensidad 10A y coberturas de 100% y 5000% respectivamente.

Los tratamientos de Shot Peening y Severe Shot Peening generan modificaciones en la superficie, deformando los granos en la superficie como se pudo observar en el estudio

microestructural. Además inducen una rugosidad superficial similar para ambos tratamientos (R_a de $4,2\mu\text{m}$ para el tratamiento de SP y $4,4\mu\text{m}$ para el tratamiento de SSP).

Otro efecto de estos tratamientos es el aumento de la dureza en la zona superficial, entorno a 70kg/mm^2 con respecto al valor del material no tratado, afectando a mayor profundidad en el caso del tratamiento severo. Esto se refleja en la Figura 1.

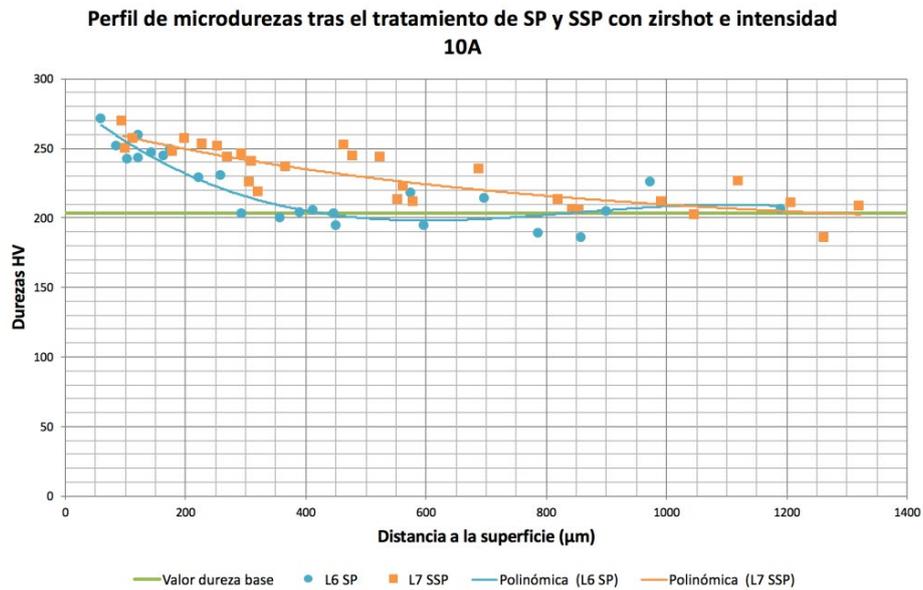


Figura 1. Perfil de microdurezas muestras tratadas mediante SP y SSP

También se midieron las tensiones residuales inducidas por el tratamiento mediante técnicas de difracción de rayos X. Ambos tratamientos introducen un elevado nivel de tensiones siendo mayor la profundidad en el caso del tratamiento severo (Figura 2).

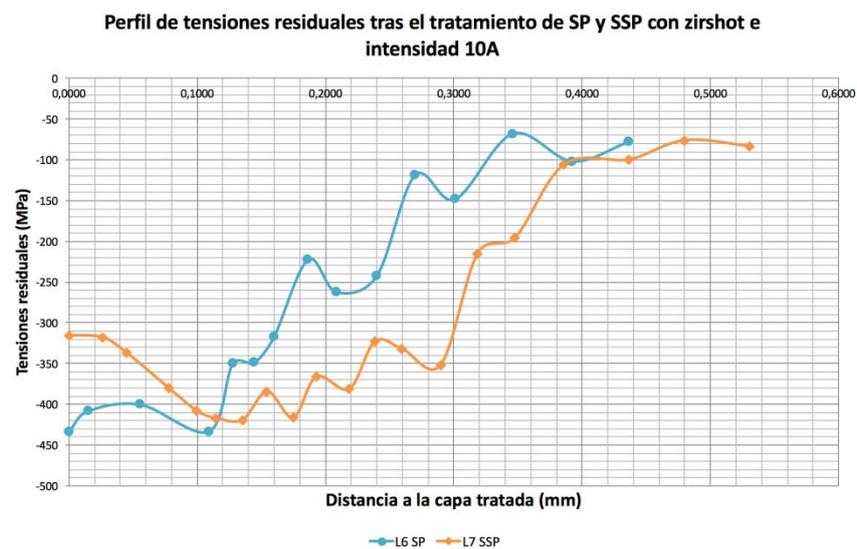


Figura 2. Perfil de tensiones residuales tratamientos SP y SSP

Mediante las técnicas de difracción de rayos X también obtenemos el parámetro FWHM, relacionado con el endurecimiento por deformación. Éste presenta valores superiores para el caso del tratamiento severo además de alcanzar una mayor profundidad como puede observarse en la Figura 3.

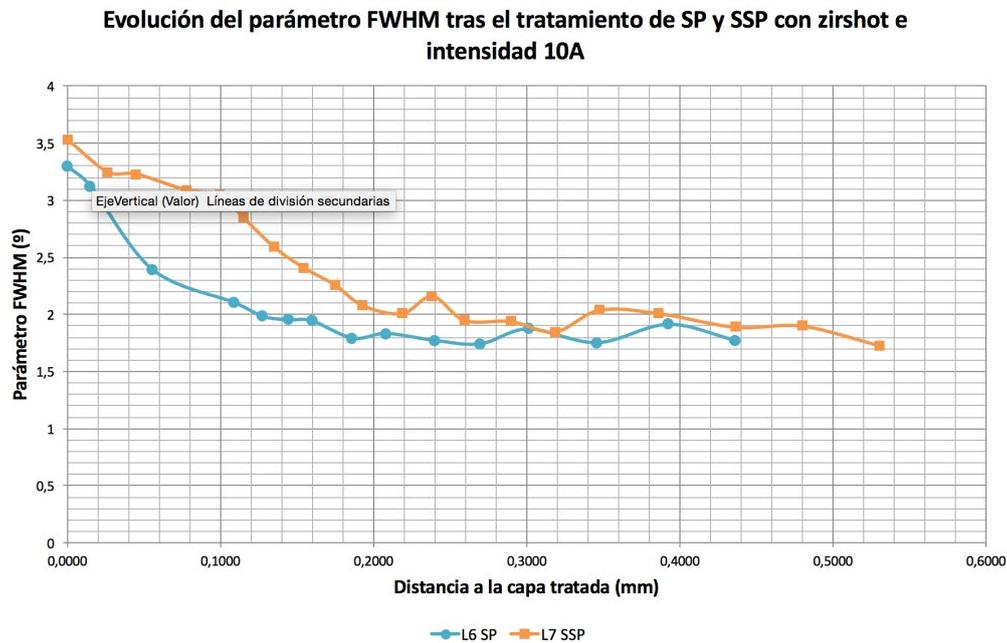


Figura 3. Perfil de tensiones residuales tratamientos SP y SSP

Desde el punto de vista de la polarización, los tratamientos de SP y SSP no parecen presentar buenos resultados pues provocan una disminución de la resistencia a la polarización, un aumento de la densidad de corriente y una disminución del voltaje de equilibrio respecto al mismo material antes del tratamiento.

2.5 Trabajos o necesidades futuras

Este proyecto se continuará buscando una modificación en la microestructura a partir de la modificación de los parámetros de sinterización, buscando así una microestructura más homogénea que beneficie las propiedades mecánicas.

2.6 Divulgación de los resultados (publicaciones, artículos, ponencias...)

Los resultados obtenidos de esta investigación serán presentados en el XIV Congreso Nacional de Materiales y en revistas con índice de impacto.

3. MEMORIA ECONÓMICA

Financiación		Personal	Inventariable	Fungible	Otros gastos
IUTA	SV-15-GIJÓN-1.	2250€	-	-	-
Otras fuentes	Referencia proyecto/contrato	-	-	-	-
Estudiante con ayuda a la investigación	Nombre	Cristina Gutiérrez García			
	Tareas	Fabricación de las muestras y caracterización de las mismas			
	Período	Septiembre-Noviembre			

4. OTROS PROYECTOS Y CONTRATOS CON FINANCIACIÓN EXTERNA

Título del proyecto/contrato	Ayudas del Principado de Asturias a Grupos de Investigación	
Referencia	FC-15-GRUPIN14-001	
Investigador/a/es principal/es	Javier Belzunce Varela	
Equipo investigador	Cristina Rodríguez, Inés Peñuelas, Inés Fernández Pariente, Covadonga Betegón...	
Periodo de vigencia	DESDE: 01-01-2014	HASTA: 31-12-2017
Entidad financiadora	Plan Regional de Investigación del Principado de Asturias	
Cantidad subvencionada	70.248 €	