

## EFFECTO DEL Ta EN LA ALEACIÓN Ti-6Al-4V TRATADA TÉRMICAMENTE

RUTH BISBAL<sup>1</sup>, PEDRO DÁVILA<sup>1</sup>, FRANKLIN GOMEZ<sup>1</sup>, SONIA CAMERO<sup>1</sup>, MARCIAL PÉREZ<sup>1</sup>, GEMA GONZÁLEZ<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. e-mail: bisbalr@gmail.com

<sup>2</sup>Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas. Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología. Laboratorio de Materiales. e-mail: gemagonz@ivic.gob.ve

Recibido: abril 2012

Recibido en forma final revisado: agosto 2012

### RESUMEN

El desarrollo de la aleación Ti-6Al-4V ha permitido diversificar sus aplicaciones, entre las cuales destaca su uso como biomaterial en la fabricación de implantes médicos debido a que presentan excelentes propiedades mecánicas, alta resistencia a la corrosión y buena biocompatibilidad. Mediante este estudio se siguen los cambios microestructurales y las variaciones de dureza Vickers (HV) en una aleación Ti-6Al-4V con diferentes contenidos de Ta (4,8; 7,2 y 15,8 %). Dichas aleaciones fueron obtenidas por refusión en un horno de arco eléctrico y, posteriormente, sometidas a un tratamiento térmico a 850 °C durante una hora y luego enfriadas al aire. La caracterización microestructural se realizó mediante las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), Espectroscopía de Rayos X por Dispersión de Energía (EDS) y Difracción de Rayos X (DRX). Las adiciones de Ta y el tratamiento térmico aplicado promovieron cambios en la microestructura bifásica  $\alpha+\beta$  típica de estas aleaciones, controlando el crecimiento de la fase  $\alpha$  acicular (en tamaño, grosor y orientación) a expensas de la fase  $\beta$ , así como las cantidades respectivas de las fases presentes. Se observó que la dureza de la aleación aumenta inicialmente con el contenido de Ta, luego disminuye debido tanto al menor tamaño y grosor de la fase  $\alpha$  acicular (hcp) como al incremento simultáneo de la proporción de la fase  $\beta$  (bcc).

*Palabras clave:* Aleación Ti-6Al-4V, Tántalo, Fase  $\alpha$  acicular, Fase  $\beta$ , Tratamiento térmico, Biomaterial.

### EFFECT OF Ta ADDITION ON A HEAT-TRATED Ti-6Al-4V ALLOY

#### ABSTRACT

The development of the Ti-6Al-4V alloy has widened its range of potential applications, with biomaterial medical implants standing out due to their excellent mechanical properties, high corrosion resistance and good biocompatibility. The present study follows the microstructural changes and variations in Vickers hardness (VH) in a Ti-6Al-4V alloy with varying contents of Ta (4.8, 7.2 and 15.8 %). The aforementioned alloys were obtained by refusion in an electric arc furnace and were subject to a subsequent heat treatment at 850 °C for one hour, and then cooled by air. The microstructural characterization was performed via Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersive X-Ray Analysis (EDS) and X-Ray Diffraction (XRD). Additions of Ta coupled with the application of the heat treatment fostered changes in the  $\alpha+\beta$  two-phase microstructure typical of these alloys, controlling both the growth of the acicular  $\alpha$  phase (regarding size, thickness and orientation) at the expense of the  $\beta$  phase and the respective amounts of the present phases. An initial increase in alloy hardness as function of Ta content was observed, followed by a decrease in hardness as a result of both the smaller size and thickness of the acicular  $\alpha$  phase (hcp) and the simultaneous increase in the proportion of the of the  $\beta$  phase (bcc).

*Keywords:* Alloy Ti-6Al-4V, Tantalum, Phase  $\alpha$ , Phase  $\beta$ , Thermal treatment, Biomaterial.

#### INTRODUCCIÓN

El titanio y sus aleaciones han abarcado gran cantidad de áreas de aplicación gracias a las ventajas que ofrecen este tipo de aleaciones para el desarrollo de nuevas tecnologías, pues presentan excelentes propiedades mecánicas, alta

resistencia a la corrosión, baja densidad específica y elevado punto de fusión. Entre sus principales campos de aplicación, cabe destacar el amplio uso como biomaterial al combinar excelente compatibilidad biológica con huesos y tejidos junto con una alta resistencia a la corrosión y resistencia mecánica, permitiéndoles ser muy utilizadas en

la fabricación de implantes ortopédicos, prótesis dentales, válvulas aórticas, entre otras aplicaciones en medicina (Gypen & Deruyttere, 1985; Tarín, 1990; Tarín, 1991; Brick *et al.* 1995; Camero *et al.* 1998; ASM Handbook, 2004).

El titanio comercialmente puro ha sido uno de los principales materiales empleados en el campo de los biomateriales; sin embargo, su utilización se ha restringido como consecuencia de sus limitadas propiedades mecánicas. No obstante, este metal es capaz de formar aleaciones con otros elementos para mejorar sus propiedades mecánicas. Entre las aleaciones de titanio más empleadas se tiene la aleación Ti-6Al-4V debido a que presenta excelentes propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión, biocompatibilidad y sus propiedades pueden ser modificadas y mejoradas mediante la aplicación de tratamientos térmicos apropiados, al pertenecer a las aleaciones de titanio del tipo  $\alpha+\beta$ , teniendo como elemento estabilizador de la fase  $\alpha$  al aluminio y elemento estabilizador de la fase  $\beta$  al vanadio (Bokstein & Emel, 1970; Peters *et al.* 1983; Tarín, 1991; Wegmann *et al.* 1997; Ahmed & Rack, 1998; Lütjering, 1998). Actualmente se está propiciando el desarrollo de nuevas aleaciones que no contengan en su composición química ni aluminio ni vanadio, con la finalidad de obtener aleaciones que presenten mejor biocompatibilidad, para asegurar su buen comportamiento cuando son implantados como biomateriales durante tiempos prolongados (Eylon *et al.* 1983; Picas, 2000), debido a que se han detectado efectos perjudiciales en el cuerpo humano por la presencia de estos elementos en la aleación. Steinmann (1980) ha investigado sobre la elevada citotoxicidad del V y la deficiencia de fósforo en la sangre y los huesos por la combinación de iones de Al con el fósforo inorgánico. Por otra parte, Okazaki *et al.* (1993) han estimado una relación entre la presencia de Al y la aparición de demencia tipo Alzheimer, por lo que han considerado el efecto de la adición de otros elementos aleantes, tales como: Ta, Nb, Pd, Sn y Zr, como sustitutos del V y del Al en la aleación Ti-6Al-4V, que ofrezcan similares o superiores propiedades mecánicas y biocompatibilidad. Adicionalmente, Kawahara (1992) y Okazaki *et al.* (1993) reportaron en sus estudios la baja citotoxicidad del Ta y su capacidad de mejorar las propiedades mecánicas, la resistencia a la corrosión y la biocompatibilidad. Por su parte, De Sousa & Robin (2003) evaluaron el comportamiento electroquímico de distintas aleaciones de Ti-Ta en ácidos reductores y han señalado un incremento en la resistencia a la corrosión de estas aleaciones con el contenido de Ta.

Pérez *et al.* (2011) evidenciaron en una aleación TiAlVTa (15 % Ta) sometida a diferentes tratamientos térmicos y con una microestructura bifásica  $\alpha+\beta$ , el efecto del Ta como

estabilizador de la fase  $\beta$  y como refinador de la fase  $\alpha$  acicular.

Con el propósito de analizar el efecto de la adición de Ta en una aleación Ti-6Al-4V tratada térmicamente, se obtuvieron aleaciones con distintos contenidos de Ta por refusión en un horno de arco eléctrico, haciendo énfasis en los cambios microestructurales revelados mediante las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB-EDS) y Difracción de Rayos X (DRX), y en las variaciones de dureza alcanzadas bajo las condiciones experimentales utilizadas.

## METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

### *Material*

El material empleado para la obtención de las muestras corresponde a virutas de la aleación Ti-6Al-4V y Ta puro. Se prepararon aleaciones de Ti-4Al-6V con 4,8; 7,2 y 15,8 % en peso de Ta, las cuales fueron designadas como A1, B1 y C1, respectivamente según se detalla en la Tabla 1. Finalmente, se obtuvieron muestras de forma cilíndrica (12 mm de diámetro x 6 mm de altura), mediante compactación por prensado uniaxial en una prensa hidráulica utilizando una presión de 14 t, y después fueron refundidas en un horno de arco eléctrico con atmósfera de argón (corriente: 180 A; presión de argón: 0,06 MPa).

### *Análisis Químico*

Se realizó el análisis químico por la técnica de Espectroscopía de Absorción Atómica de Llama (AA) para determinar los contenidos de Al y V presentes tanto en la materia prima (virutas de Ti-6Al-4V) como en las aleaciones finales. Asimismo, el análisis químico de la barra de Ta se realizó mediante la técnica de Fluorescencia de Rayos X (FRX). Por otra parte, las cantidades de Ta presentes en las distintas aleaciones se determinaron mediante la técnica de Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total (FRXT). Adicionalmente, esta técnica permitió también medir simultáneamente las cantidades de otros elementos presentes en las aleaciones fabricadas, tales como V y Fe.

### *Tratamiento Térmico*

Las muestras de la aleación fueron calentadas directamente hasta alcanzar la temperatura de 850 °C, con una velocidad de calentamiento de 540 °C/h, manteniéndolas durante una hora a esta temperatura (en la región bifásica  $\alpha+\beta$ ), y luego extraídas del horno para dejarlas enfriar al aire

hasta alcanzar la temperatura ambiente. Para realizar el tratamiento térmico se utilizó un horno tubular de resistencia de atmosfera controlada de argón, y temperatura programable.

#### Preparación Metalográfica

La aleación seccionada fue preparada metalográficamente mediante técnicas convencionales (desbaste y pulido), y finalmente sometida a un ataque químico por inmersión en el reactivo de Kroll (1 ml HF-3 ml HNO<sub>3</sub>-1000 ml H<sub>2</sub>O).

#### Caracterización Microestructural

La caracterización microestructural de la aleación refundida sin Ta y con Ta, tratada y no tratada térmicamente, se realizó utilizando un microscopio electrónico de barrido (marca Hitachi, modelo S-2400, 20 kV) acoplado a un analizador por Espectroscopia de Rayos X por Dispersión de Energía (EDS), para obtener los microanálisis químicos de las aleaciones fabricadas. Adicionalmente, se caracterizaron las fases presentes en las diferentes aleaciones obtenidas, mediante la técnica de Difracción de Rayos X (DRX), utilizando un equipo marca Siemens, modelo D5005, con un cátodo de Cu.

#### Ensayos de Dureza

Se realizó el ensayo de dureza Vickers (HV) a fin de medir la dureza de las aleaciones refundidas y de las aleaciones con Ta tratadas térmicamente. Se utilizó un durómetro Vickers y en el procedimiento se aplicó una carga de 10 kg durante 15 segundos. Los valores reportados en la Tabla 2 corresponden al promedio de 10 mediciones realizadas a cada una de las aleaciones.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### Análisis Químico

En la Tabla 1 se presentan los resultados de los análisis químicos realizados (y su respectiva desviación estándar *s*) mediante las técnicas de Espectroscopia de Absorción Atómica de Llama (AA) y Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total (FRXT) a las diferentes aleaciones analizadas. En esta tabla se puede observar que los contenidos de Al, V, Ta y Fe están dentro del intervalo de los valores establecidos para la aleación designada como TiAlV (Norma ASTM B348, 1995).

**Tabla 1.** Composición química (% en peso ± *s*) de las diferentes aleaciones, obtenida mediante las técnicas de AA y FRXT

Técnicas	Aleaciones	% Al	% V	% Ta	% Fe	% Ti
AA	Patrón	5,41±0,14	2,89±0,15	-	-	
	A1	4,73±0,05	2,87±0,20	-	-	balance
	B1	4,52±0,03	2,53±0,08	-	-	
	C1	4,00±0,09	3,13±0,07	-	-	
FRXT	A1	-	3,03±0,12	4,77±1,11	0,79±0,03	
	B1	-	2,86±0,15	7,20±1,15	0,84±0,36	balance
	C1	-	2,71±0,08	15,80±1,00	0,82±0,54	

*s*: desviación estándar

#### Caracterización Microestructural Mediante MEB-EDS

##### a) Aleaciones Ti-5,4Al-2,9V con adiciones de Ta en condición de refusión

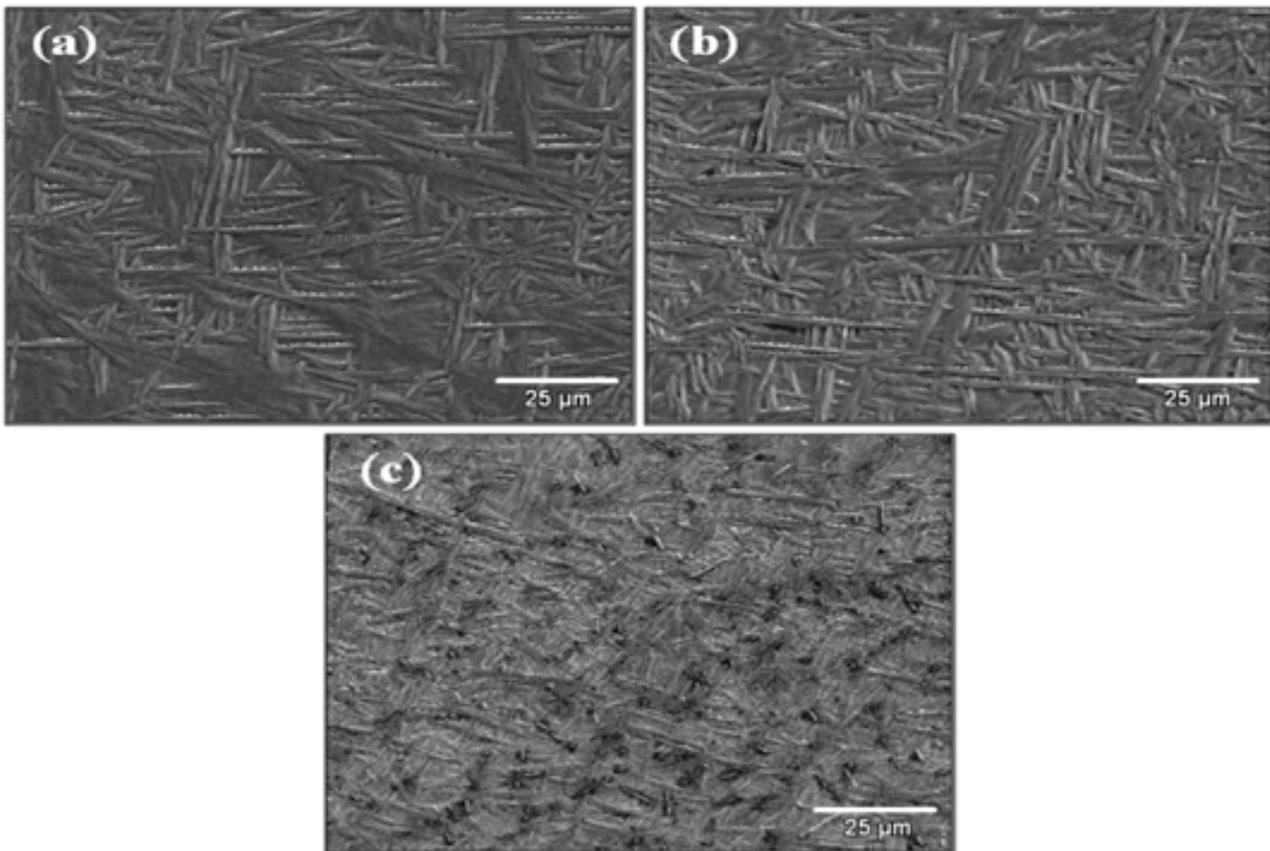
En la Figura 1 se muestran fotomicrografías por MEB de la microestructura bifásica  $\alpha+\beta$  que presentan las distintas aleaciones con adiciones de Ta y sin tratamiento térmico (aleaciones: A1, B1 y C1), la cual está constituida por una matriz  $\beta$  que contiene a la fase  $\alpha$  de morfología acicular, producto del enfriamiento rápido desde temperaturas superiores a la  $\beta$  transus (1040 °C), observando la direccionalidad de las láminas  $\alpha$  (finas con espesores  $\approx 0,7 \mu\text{m}$  y gruesas con espesores que alcanzan hasta  $\approx 1,8 \mu\text{m}$ )

orientadas al azar, las cuales se entrecruzan entre sí y crecen desde los bordes de granos de  $\beta$  en una matriz  $\alpha+\beta$  hacia el centro del mismo (Rhodes & Paton, 1979). Además, este mecanismo de crecimiento de la fase  $\alpha$  es coherente con el propuesto por Fujii (1994), quien describe la presencia de una interfase con un gradiente de concentración de V en la fase  $\beta$  cerca de este límite. La porción convexa del límite es rica en V mientras que la porción cóncava es pobre en V, por lo tanto propone que la estabilidad de la fase  $\beta$  se vuelve relativamente baja y la porción convexa crece preferencialmente sola. En la intercara  $\alpha/\beta$  de la porción convexa nuclea la fase  $\alpha$  y crece en forma de placas dentro de los granos de  $\beta$ .

Sin embargo, en estas microestructuras se observa una disminución del tamaño (longitud desde  $\approx 5,40 \mu\text{m}$  hasta  $1,40 \mu\text{m}$ ) y grosor de las láminas  $\alpha$  acicular (desde un espesor  $\approx 1,8 \mu\text{m}$  hasta  $0,18 \mu\text{m}$ ) a medida de que incrementa el contenido de Ta, elemento estabilizador de la fase  $\beta$ , controlando así la formación y crecimiento de las láminas  $\alpha$  a partir de los bordes de grano de la fase  $\beta$ . Además, se observa una redistribución de las fases presentes en estas aleaciones, donde las láminas aciculares orientadas al azar se encuentran uniformemente distribuidas en toda el área de la muestra. Se puede inferir que el Ta enriquece las zonas convexas de la interfase, por lo tanto, la estabilidad de la fase  $\beta$  se vuelve relativamente mayor en comparación con la fase  $\alpha$ .

En la Figura 1(a), perteneciente a la aleación con 4,8 % Ta (aleación A1), se puede observar una microestructura con

una matriz  $\beta$  que contiene las láminas de la fase  $\alpha$  acicular que se entrecruzan formando ángulos. Posteriormente, al aumentar el contenido de Ta a 7,2 % en la aleación B1, Figura 1(b), se logra reducir aún más el tamaño y grosor de las láminas  $\alpha$  aciculares, y están igualmente distribuidas y orientadas como en la aleación A1. Finalmente, la adición de 15,8 % de Ta (aleación C1) permitió obtener laminillas  $\alpha$  aciculares muy delgadas y pequeñas distribuidas uniformemente, Figura 1(c). Este hecho propone que los contenidos de Ta en las distintas aleaciones promueven la presencia de interfases con zonas ricas en los dos elementos estabilizadores, con gradientes de concentración similares induciendo de este modo la formación de microestructuras bifásicas con porciones similares de las fases  $\alpha$  y  $\beta$ , a medida que se incrementa el contenido de Ta, las cuales alcanzan espesores similares que van desde  $0,18 \mu\text{m}$  hasta  $0,5 \mu\text{m}$ .



**Figura 1.** Fotomicrografías por MEB mostrando la microestructura de las diferentes aleaciones con adiciones de Ta: a) Aleación A1: Ti-4,7Al-2,8V-4,8Ta; b) Aleación B1: Ti-4,5Al-2,5V-7,2Ta; c) Aleación C1: Ti-4Al-3,1V-15,8Ta. (1000x)

Como ya se ha mencionado, las adiciones de Ta se llevaron a cabo con la finalidad de disminuir la concentración de V en la aleación Ti-6Al-4V ya que este elemento produce una alta citotoxicidad en el cuerpo humano, según estudios realizados por Steinmann (1980) sobre la citotoxicidad de los metales en implantes quirúrgicos. Por otra parte, Kawahara (1992) y Okazaki et al. (1993) reportaron en

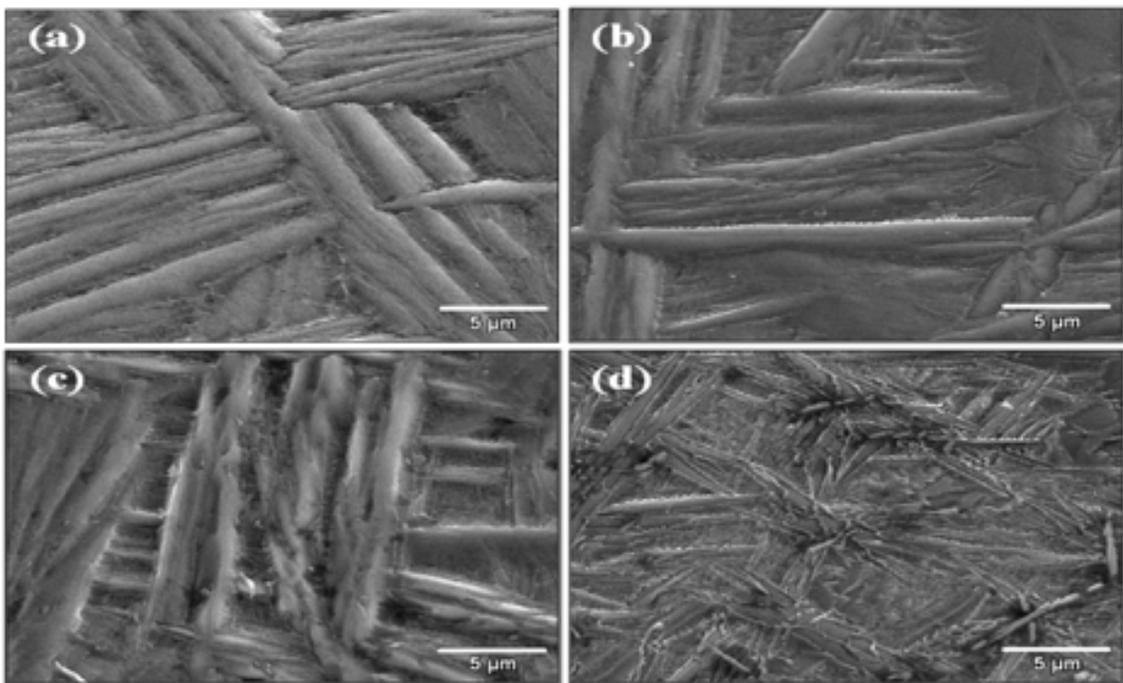
sus investigaciones la baja citotoxicidad del Ta, además de la capacidad de mejorar las propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión y biocompatibilidad, lo que hace de este elemento un fuerte candidato para sustituir al V, contrarrestando sus efectos perjudiciales dentro del cuerpo humano, y de esta manera ofrecer aleaciones alternativas de titanio para aplicaciones en implantes médicos, que posean

mayor resistencia mecánica y ductilidad, como ha sido reportado por Okazaki et al. (1993).

En las Figuras 2(a) a 2(d) se muestran las imágenes obtenidas por MEB que corresponden también a las aleaciones sin tratamiento térmico. En la Figura 2(a) se observa la típica microestructura de la aleación refundida sin Ta (aleación patrón) constituida por una matriz de  $\beta$  que contiene  $\alpha$  acicular, la cual se entrecruza, quedando la matriz de  $\beta$  transformada entre ésta, dando una apariencia de cesta entretejida (“basket-weave”) característica de la estructura Widmanstätten. En las Figuras 2(b) a 2(d) resaltan los cambios microestructurales por efecto del Ta, donde se observa que la disposición de las láminas  $\alpha$

aciculares varía en la matriz  $\beta$  al aumentar el contenido de Ta. Es importante destacar que en la muestra con mayor contenido de Ta (aleación C1) la fase  $\alpha$  se presenta con una apariencia más densa, constituida por laminillas muy finas orientadas al azar, Figura 2(d).

Según lo descrito anteriormente, resulta evidente que a mayores contenidos de Ta mayor será la estabilidad de la fase  $\beta$ , existiendo una difusión competitiva entre los elementos estabilizadores de ambas fases. Es por ello que en las aleaciones TiAlV-Ta obtenidas tanto el tamaño, grosor y distribución de la fase  $\alpha$  acicular fueron controlados por la estabilidad de la fase  $\beta$  a temperatura ambiente.



**Figura 2.** Fotomicrografías por MEB mostrando la microestructura de las diferentes aleaciones refundidas: a) Sin Ta (aleación patrón), y con diferentes contenidos de Ta: b) Aleación A1; c) Aleación B1; d) Aleación C1. (5000x)

En la Figura 3 se pueden observar las imágenes por MEB de las microestructuras de las distintas aleaciones con Ta en condición de refusión, con sus respectivos microanálisis químicos por EDS, mediante los cuales se confirma la presencia de los elementos estabilizadores de cada una de las fases, siendo la fase  $\beta$  rica en V y Ta, y la fase  $\alpha$  rica en Al.

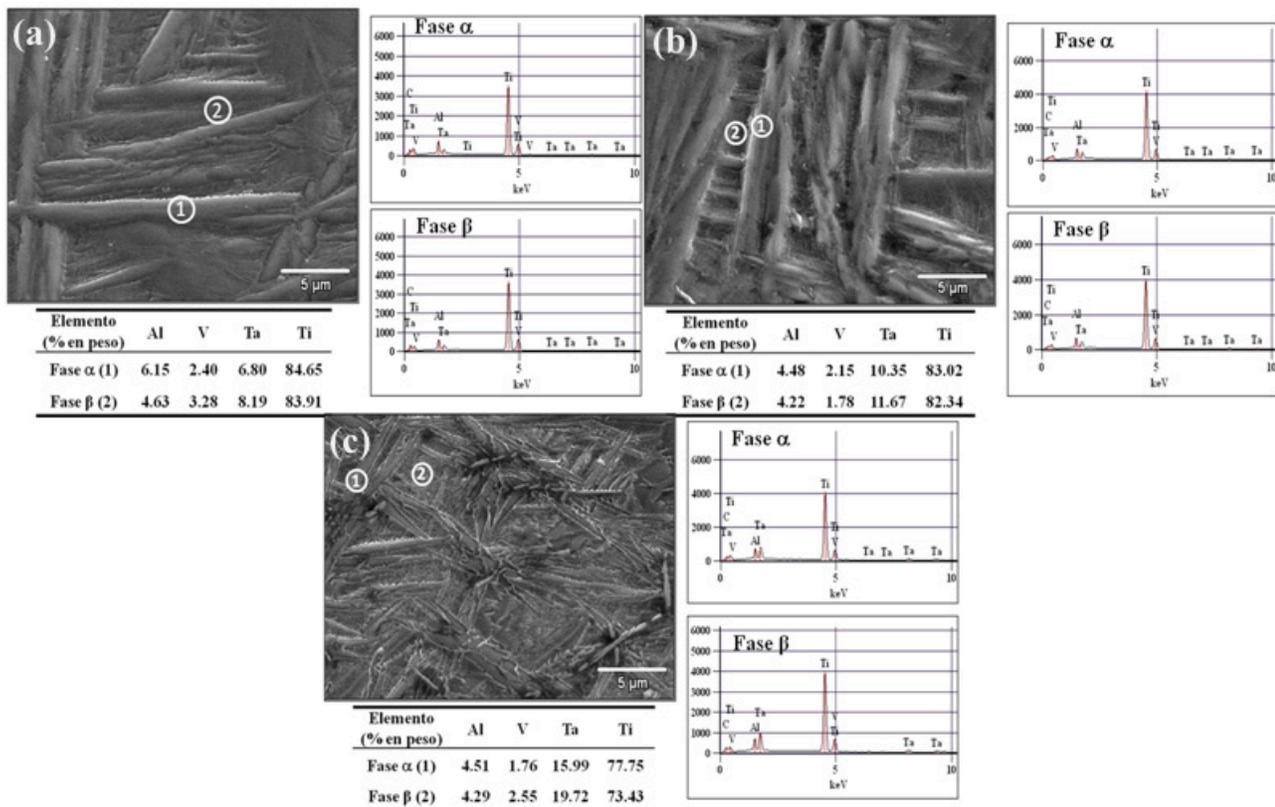
A pesar de que el tántalo adicionado a las aleaciones de titanio no actúa como refinador de grano, como ha sido reportado por Fujii (1994), si se consideran los mecanismos de formación de la microestructura Widmanstätten, se puede inferir que la fase  $\alpha$  inicia su formación a lo largo de los bordes de grano de la fase  $\beta$ , creando gradientes

de concentración de los elementos estabilizadores de la fase  $\beta$  (V y Ta), incrementando la concentración de estos elementos en esta zona. De esta manera, al disponer de una mayor concentración de elementos estabilizadores de  $\beta$  en la intercara  $\alpha/\beta$ , como el tántalo, se promovería la estabilización de la fase  $\beta$  y el afino de la fase  $\alpha$  acicular (espesor inicial  $\approx 0,70 \mu\text{m} - 1,8 \mu\text{m}$ ), cambiando su apariencia a una fase más densa, constituida por laminillas muy finas llegando a alcanzar espesores que van desde  $0,18 \mu\text{m}$  hasta  $0,5 \mu\text{m}$ , orientadas al azar, generando una microestructura con proporciones similares de fases  $\alpha$  y  $\beta$ , es decir se modifican las proporciones relativas de cada fase.

b) Aleaciones de Ti-5,4Al-2,9V con adiciones de Ta sometidas a tratamiento térmico

En las Figuras 4(a) a 4(c) se presentan las microestructuras obtenidas por MEB correspondientes a las distintas aleaciones con Ta, las cuales fueron sometidas a un tratamiento isotérmico a 850 °C por una hora seguido de un enfriamiento al aire (aleaciones: A2, B2, C2). Al igual que la microestructura de la aleación con Ta en condición de refusión, estas muestras presentaron una microestructura  $\alpha+\beta$  con la fase  $\alpha$  de morfología acicular dentro de la matriz  $\beta$ , manteniendo la misma tendencia en la disminución del tamaño (longitud desde  $\approx 15 \mu\text{m}$  en la aleación A2 hasta  $\approx 5 \mu\text{m}$  en la aleación C2) y grosor (espesores desde  $\approx 2,5 \mu\text{m}$  en la aleación A2 hasta  $\approx 0,5 \mu\text{m}$  en la aleación C2) de las láminas  $\alpha$  aciculares a medida que aumenta el contenido

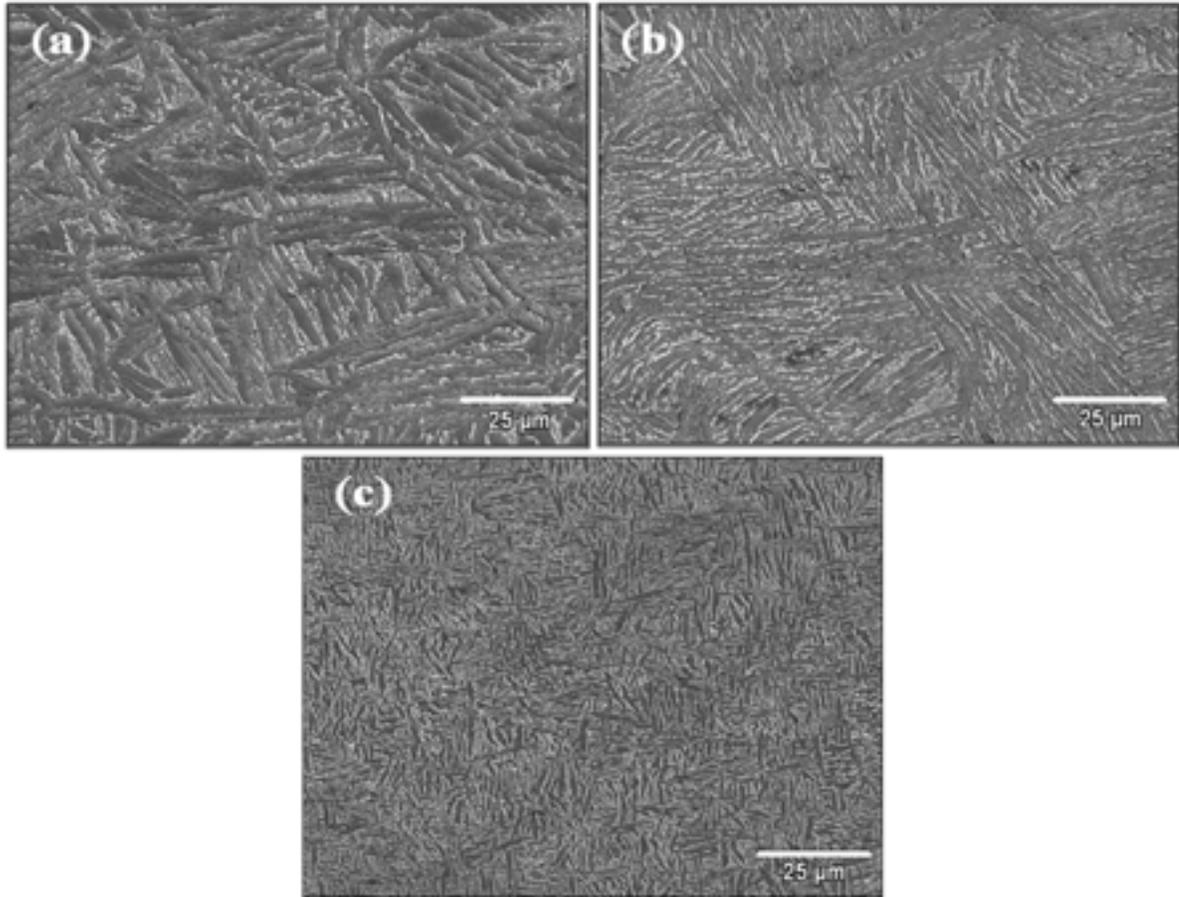
de Ta en la aleación de TiAlV. Es importante destacar la distribución de las fases que conforman la microestructura observada en estas aleaciones tratadas térmicamente, obtenida por el calentamiento a la temperatura de recocido de 850 °C en el campo de estabilidad  $\alpha+\beta$ . Estas condiciones de tratamiento térmico utilizadas suponen además la liberación de esfuerzos residuales que han sido generados por el rápido enfriamiento desde las temperaturas alcanzadas durante la refusión (ASM Handbook, 2004). Por otra parte, este tratamiento térmico también promueve la difusión de los diferentes elementos aleantes hacia sus respectivas fases para cumplir su función estabilizadora, consolidando de esta manera microestructuras con la fase  $\alpha$  acicular bien definida delineada por la fase  $\beta$ . Particularmente, en el caso de la aleación C2 se observó una microestructura muy fina y densa, Figura 4(c).



**Figura 3.** Fotomicrografías por MEB mostrando la microestructura de las aleaciones con diferentes contenidos de Ta, y sus respectivos microanálisis químicos por EDS: a) Aleación A1; b) Aleación B1; c) Aleación C1. (5000x)

En las imágenes obtenidas por MEB de las Figuras 5(a) a 5(c) se observa la microestructura de las aleaciones A2, B2 y C2 respectivamente, con el microanálisis químico puntual por EDS de las fases presentes, a partir de los cuales se verifica el efecto de los elementos aleantes, al estabilizar una u otra fase, siendo la fase  $\alpha$  (fase oscura) rica en Al y la fase  $\beta$  (fase clara) rica en V y Ta.

La aplicación del tratamiento térmico a las aleaciones con Ta permitió obtener microestructuras con fases distribuidas uniformemente, promoviendo la redistribución de ambas fases. Tal es el caso de la aleación C2 (15,8 % Ta) la cual presentó una microestructura uniformemente distribuida, asociada con la fuerte estabilidad que le proporciona el Ta a la fase  $\beta$ , equilibrando la proporción de las fases presentes, y por ende reduciendo el tamaño (longitud  $\approx 5 \mu\text{m}$ ) y grosor (espesor  $\approx 0,5 \mu\text{m}$ ) de la fase  $\alpha$  acicular.



**Figura 4.** Fotomicrografías por MEB mostrando las microestructuras de las distintas aleaciones con adiciones de Ta, tratadas térmicamente (850 °C/1 hora y enfriamiento al aire): a) Aleación A2; b) Aleación B2; c) Aleación C2. (1000x)

c) *Análisis de las fases presentes mediante Difracción de Rayos X*

El análisis mediante Difracción de Rayos X (DRX) de todas las aleaciones estudiadas confirmó la presencia de las fases caracterizadas mediante las técnicas MEB-EDS. En las Figuras 6(a) y 6(b) se presentan los espectros por DRX de la aleación refundida (aleación patrón) sin tratamiento térmico y con tratamiento térmico, respectivamente, a partir de los cuales se puede observar la presencia de la fase  $\alpha$  (hcp;  $a = 0,29505$  nm;  $c = 0,46826$  nm) y la fase  $\beta$  (bcc;  $a = 0,33065$  nm), ambas fases características de las aleaciones TiAlV. En la aleación con tratamiento térmico predomina la fase  $\alpha$ , Figura 6(b), asociado con la difusión masiva del aluminio lo que permite aún más la estabilidad de esta fase.

Las Figuras 7(a) a 7(c) corresponden a los patrones obtenidos por DRX de las aleaciones con diferentes contenidos de Ta (4,8; 7,2 y 15,8 %) tratadas térmicamente. El análisis por DRX indica que tanto el tratamiento térmico como los diferentes contenidos de Ta modifican las proporciones relativas de cada fase. El tratamiento térmico genera una disolución de la fase  $\beta$  y un incremento

de la proporción de la fase  $\alpha$  a expensas de la fase  $\beta$ . Se observa que a medida que se incrementa el contenido de Ta ocurre una disminución en las proporciones de la fase  $\alpha$ , mientras que la fase  $\beta$  inicialmente disminuye su proporción, para luego incrementar hasta alcanzar sus niveles de intensidades iniciales. Estos resultados son coherentes con la caracterización microestructural de las distintas aleaciones estudiadas, confirmando una vez más que los altos contenidos de Ta permiten un refinamiento de las fases presentes, como se observa en la microestructura de esta aleación, Figura 5(c), donde la cantidad relativa de las fases presentes ( $\alpha$  y  $\beta$ ) es equilibrada, confirmada por los niveles de intensidad de los picos característicos de las fases ya mencionadas.

d) *Ensayos de Dureza Vickers*

En la Tabla 2 se presentan los valores de dureza Vickers (HV), y su respectiva desviación estándar  $s$ , obtenidos de las aleaciones refundidas y tratadas térmicamente. En la Figura 8 se ilustra el efecto de la adición de Ta y del tratamiento térmico aplicado en la dureza de las distintas aleaciones fabricadas. La aleación patrón presentó un valor

de dureza alrededor de los 480 HV con una alta desviación estándar, superior a los valores de dureza reportados por Jovanovic et al. (2006) de 320-360 HV para una aleación Ti-6Al-4V y por Camero et al. (1998) de  $405 \pm 4$  HV para una aleación Ti-4,5Al-3V.

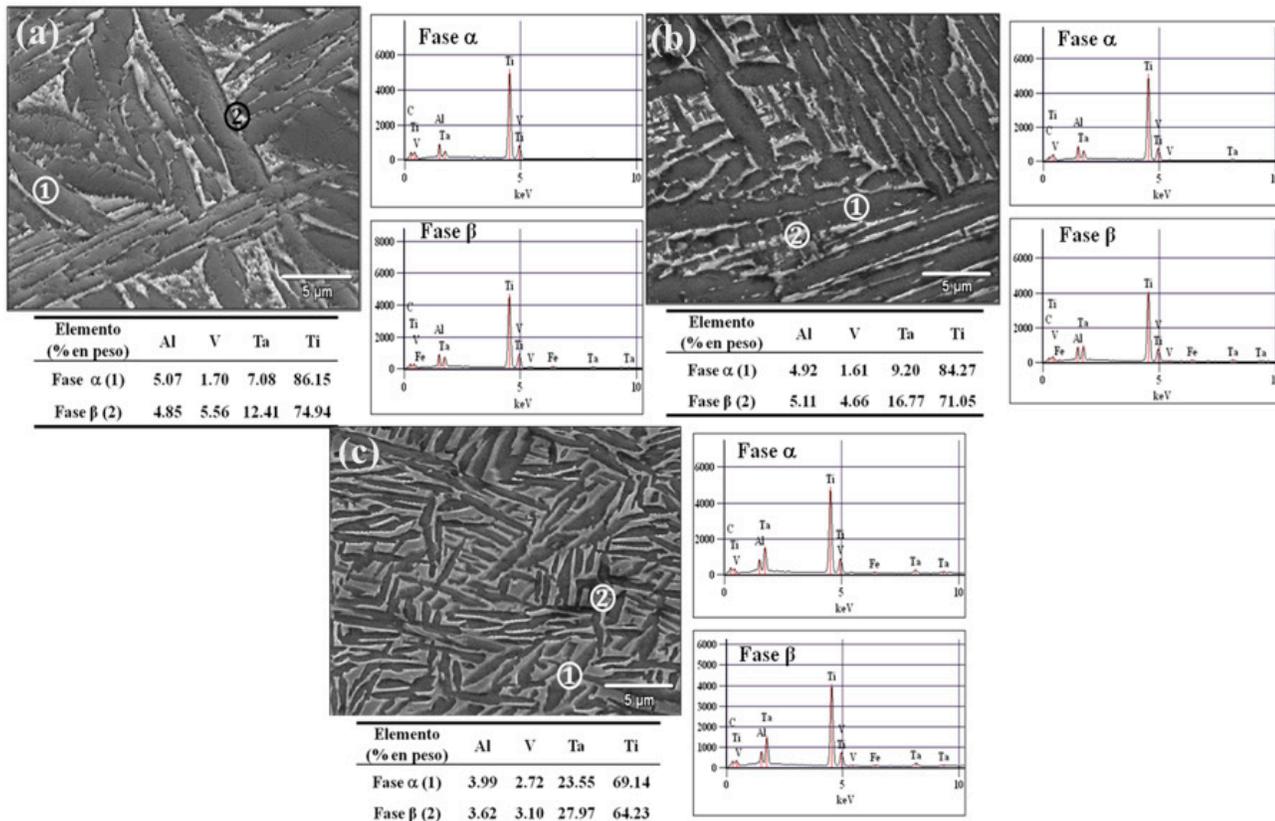
**Tabla 2.** Valores de dureza Vickers obtenidos en las diferentes aleaciones

Condición	Aleaciones	Dureza Vickers (HV $\pm$ s)
Refusión	Patrón	$480 \pm 26$
	A1	$469 \pm 9,0$
	B1	$487 \pm 11$
	C1	$483 \pm 8,0$
Tratadas térmicamente	A2	$562 \pm 11$
	B2	$594 \pm 21$
	C2	$477 \pm 13$

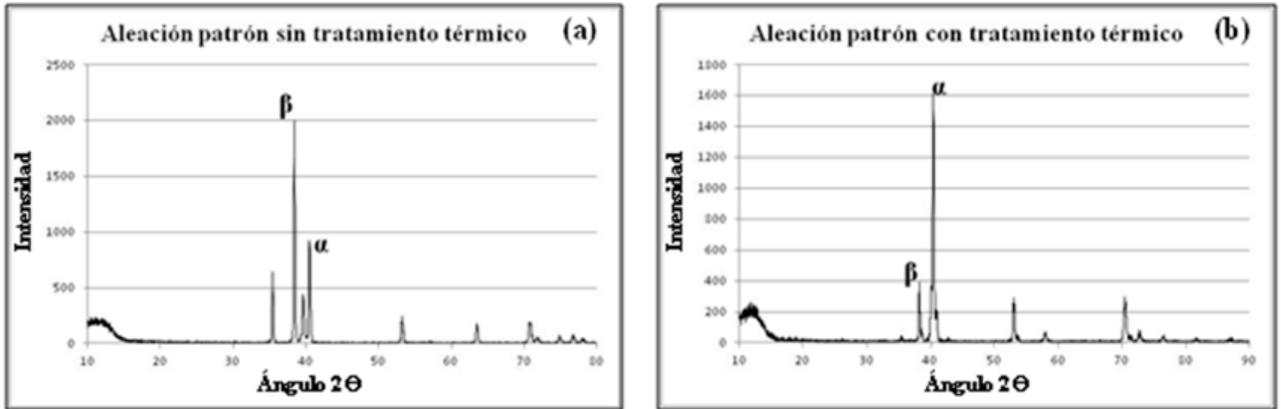
s: desviación estándar

Estos valores pueden explicarse debido a que esta aleación tiene la típica microestructura Widmanstätten con la fase  $\alpha$  acicular en láminas de diferentes tamaños, grosores y orientaciones entrecruzadas entre sí (Figura 2), y también como indicativo de la presencia de esfuerzos residuales internos generados por el enfriamiento desde altas temperaturas.

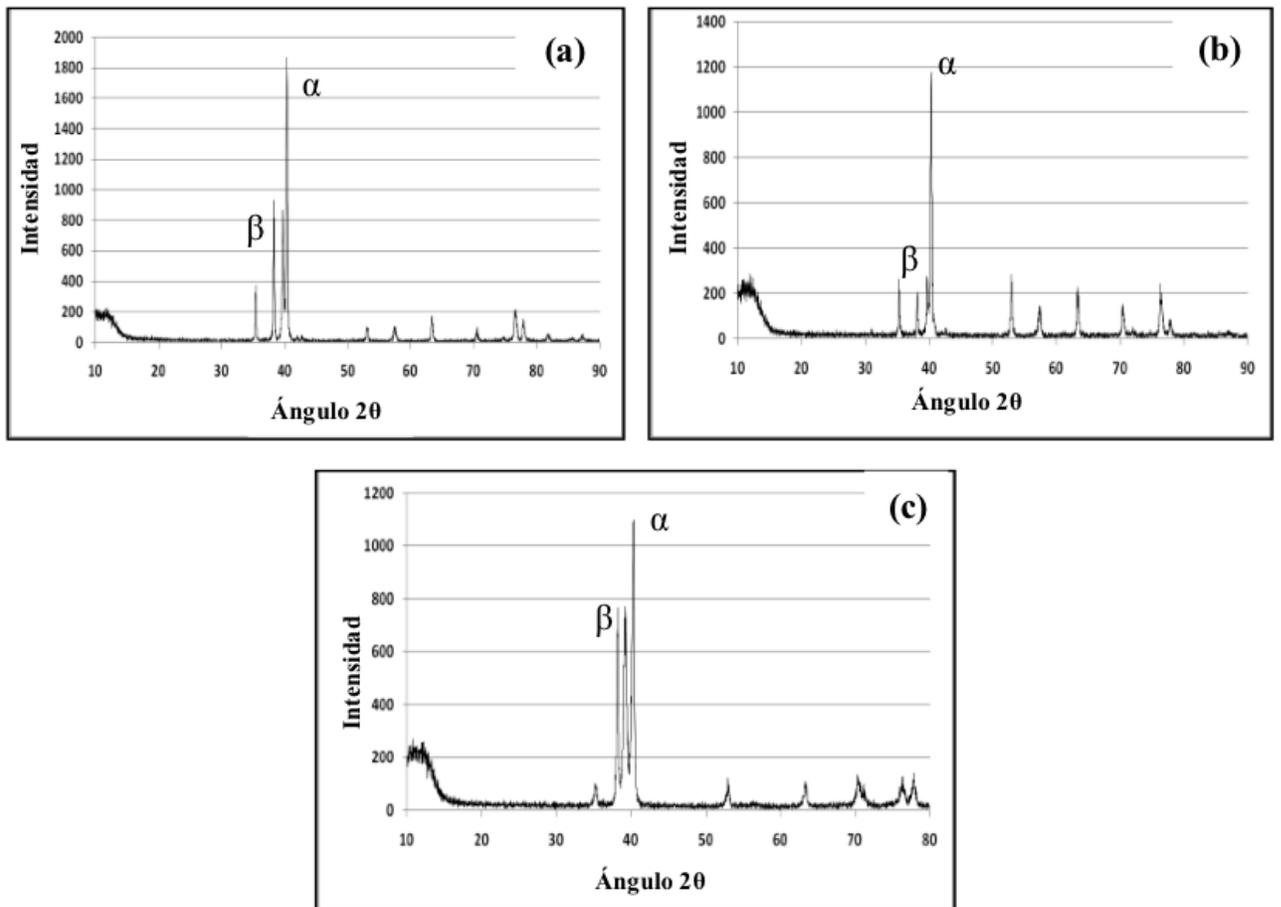
En cuanto a las distintas aleaciones con adiciones de Ta en condición de refusión, no se aprecia una variación significativa en la dureza con el aumento del contenido de Ta, sólo se observa un ligero incremento para adiciones de Ta mayores a 7,2 %. Sin embargo, al comparar con los valores de dureza reportados en la literatura para la aleación Ti-6Al-4V de 320-360 HV (Jovanovic et al. 2006) se logra un aumento considerable en la dureza con la adición de Ta, indicando que a medida que incrementa el contenido de Ta se obtiene una disminución en el tamaño y grosor de la fase  $\alpha$  acicular junto con la redistribución de la misma (Figura 2), siendo esta fase la que ofrece poca plasticidad y a su vez tiende a presentar propiedades mecánicas y físicas anisotrópicas (Boyer, 1990).



**Figura 5.** Fotomicrografías por MEB mostrando las microestructuras de las distintas aleaciones con adiciones de Ta, tratadas térmicamente (850 °C/1 hora y enfriamiento al aire), y sus respectivos microanálisis químicos por EDS: a) Aleación A2; b) Aleación B2; c) Aleación C2. (5000x)



**Figura 6.** Patrones de DRX de la aleación Ti-5,4Al-2,9V sin tántalo (aleación patrón) en los que se ilustran las intensidades correspondientes a las fases  $\alpha$  y  $\beta$  presentes en la aleación: a) Sin tratamiento térmico; b) Con tratamiento térmico



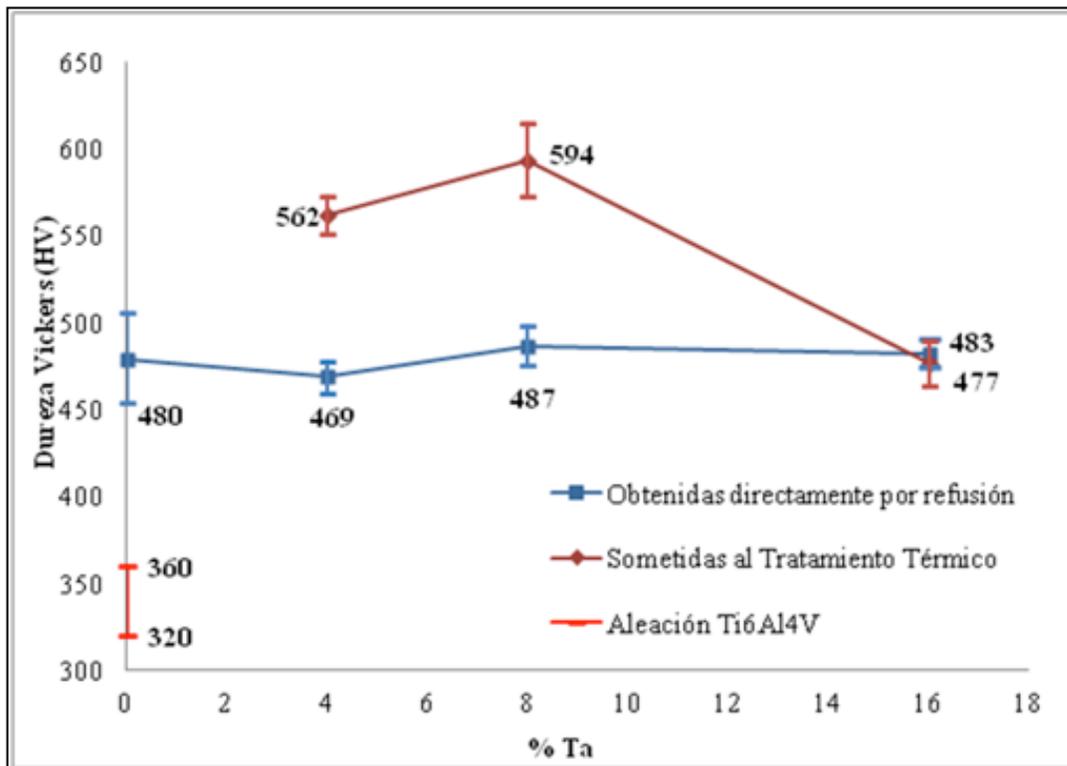
**Figura 7.** Patrones de DRX de las aleaciones con diferentes contenidos de Ta tratadas térmicamente (850 °C/1 hora y enfriamiento al aire). Se muestran las intensidades correspondientes a las fases  $\alpha$  y  $\beta$  presentes en cada aleación: a) Aleación A2 (4,8% Ta); b) Aleación B2 (7,2% Ta); c) Aleación C2 (15,8% Ta)

Posteriormente, se tienen las distintas aleaciones con adiciones de Ta tratadas térmicamente (aleaciones: A2, B2 y C2), las cuales presentaron un incremento considerable de la dureza, relacionado con el calentamiento aplicado a las aleaciones en la región  $\alpha+\beta$  a 850 °C por una hora, promoviendo, a esta temperatura y tiempo de

mantenimiento en el horno, la difusión de los diferentes elementos constituyentes de estas aleaciones, consolidando una microestructura compacta con las fases  $\alpha$  y  $\beta$  bien definidas (Figuras 4 y 5). El mayor valor de dureza en las aleaciones tratadas térmicamente se detectó en la aleación B2 (7,2 % Ta), la cual a pesar de presentar una alta

desviación estándar, su dureza está por encima de la dureza de la aleación A2 (4,8 % Ta), debido a que disminuye el tamaño y grosor de las láminas de la fase  $\alpha$  acicular con el incremento del contenido de Ta. En la aleación C2 (15,8 % Ta) se observa una disminución de la dureza asociada con el incremento de la porción de la fase  $\beta$ . Se puede inferir que la aleación C2 tratada térmicamente ofrecerá la mejor relación de resistencia mecánica y ductilidad, gracias a que ésta presenta una microestructura con una distribución de fases más uniforme, con la fase  $\alpha$  acicular más fina delineada por la fase  $\beta$ , la cual se encuentra en mayor proporción que en las aleaciones A2 y B2, como se ilustra en la Figura 7. Estos últimos resultados están relacionados con la fuerte estabilidad que le confiere el Ta a la fase  $\beta$  a temperatura ambiente, la cual presenta una estructura cristalina bcc, altamente dúctil y en las aleaciones de titanio del tipo  $\alpha+\beta$  es la fase que le confiere buena conformabilidad (Boyer, 1990; Knoll & Schaeffer, 2006).

En general, los resultados de dureza obtenidos indican que las adiciones de Ta y la aplicación del tratamiento térmico modifican notablemente la dureza de las aleaciones de TiAlV fabricadas, donde se obtuvo un incremento en los valores de dureza con el contenido de Ta, que posteriormente con la aplicación del tratamiento térmico alcanza un máximo y luego disminuye (Figura 8). Cabe destacar que mayores proporciones de la fase  $\alpha$ , cuya estructura cristalina es hcp, Figuras 7(a) y 7(b), producen un incremento en los valores de dureza debido a que esta fase ofrece poca plasticidad, aportando una alta resistencia mecánica (Boyer, 1990), y al incrementarse la proporción de la fase  $\beta$  con el contenido de Ta se obtienen menores valores de dureza debido a la alta ductilidad que presenta esta fase, como se ha explicado anteriormente (Boyer, 1990).



**Figura 8.** Efecto del contenido de Ta y del tratamiento térmico aplicado (850 °C/1 hora y enfriamiento al aire) en la dureza de las aleaciones obtenidas

La caracterización microestructural y los valores de dureza indican que las aleaciones de TiAlV del tipo  $\alpha+\beta$  son susceptibles a tratamientos térmicos (temperatura, tiempo y velocidad de enfriamiento), produciendo cambios en la cantidad y distribución de estas fases, logrando alcanzar una combinación adecuada de ambas fases (Camero et al. 1998; ASM Handbook, 2004), siendo posible mejorar su comportamiento mecánico de acuerdo a los requerimientos que se deseen para determinada aplicación.

## CONCLUSIONES

Fueron obtenidas por refusión aleaciones de TiAlV con diferentes contenidos de tántalo, las cuales presentaron una microestructura bifásica  $\alpha+\beta$  constituida por una matriz  $\beta$  que contiene la fase  $\alpha$  de morfología acicular, encontrándose una disminución del tamaño y grosor de las láminas de  $\alpha$  acicular con el incremento del contenido de Ta.

El tántalo actúa como un elemento estabilizador de la fase  $\beta$  y en consecuencia como un refinador de la fase  $\alpha$  acicular en las aleaciones de TiAlV sin tratamiento térmico, generando microestructuras con una distribución uniforme y refinamiento de fases.

El tratamiento térmico aplicado (850°C/1 hora y enfriamiento al aire) a las diferentes aleaciones de TiAlV con adiciones de Ta originó cambios en la microestructura obtenida por refusión, incrementando la proporción de la fase  $\beta$  y disminuyendo el tamaño y grosor de las láminas de la fase  $\alpha$  acicular, como consecuencia de la difusión de los diferentes elementos aleantes.

La técnica de Difracción de Rayos X permitió la identificación de la fase  $\alpha$  (estructura cristalina: hcp; parámetros de red:  $a = 0,29505$  nm y  $c = 0,46826$  nm) y de la fase  $\beta$  (estructura cristalina: bcc; parámetro de red:  $a = 0,33065$  nm), presentes en las diferentes aleaciones estudiadas, permitiendo confirmar así las fases caracterizadas mediante las técnicas MEB-EDS.

Las aleaciones de TiAlV con diferentes contenidos de Ta, en condición de refusión, no presentaron variaciones significativas de la dureza (máximo 2%).

Las aleaciones de TiAlV con diferentes contenidos de Ta y tratadas térmicamente experimentaron un aumento de la dureza con el contenido de tántalo; sin embargo, en la aleación con 15,8 % de Ta la dureza disminuyó, lo cual se asocia con la reducción del tamaño y grosor de la fase  $\alpha$  acicular y al incremento en la proporción de la fase  $\beta$ .

Los resultados obtenidos indican que la aleación C2 (15,8 % Ta, tratada térmicamente, 477 HV) ofrecería la mejor relación resistencia mecánica-ductilidad, al presentar una microestructura con la fase  $\alpha$  acicular muy fina delineada por la fase  $\beta$ , con ambas fases distribuidas uniformemente.

Las adiciones de Ta y la aplicación del tratamiento térmico promueven cambios en la microestructura y la dureza de la aleación Ti-6Al-4V, donde el incremento o la disminución en los valores de dureza dependen del tamaño, grosor, distribución y proporción de las fases  $\alpha$  y  $\beta$  presentes en la aleación.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Consejo de Desarrollo Científico y Humanístico (CDCH) de la Universidad Central de Venezuela por el financiamiento otorgado a través del Proyecto de Grupo PG 08-7169-2008/1, y al Instituto

Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC) por el apoyo brindado.

#### REFERENCIAS

- AHMED, T. & RACK, H. (1998). Phase Transformations During Cooling in  $\alpha+\beta$  Titanium Alloys. *Materials Science Engineering*, A243: pp. 206-211.
- ASM HANDBOOK. (2004). *Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. (10th Edition), USA, ASM International, Vol. 2, 1886-1915.
- ASM HANDBOOK. (2004). *Heat Treating*. (10th Edition), USA, ASM International, Vol. 4, 2043-2071.
- ASM HANDBOOK. (2004). *Metallography and Microstructures*. (10th Edition), USA, ASM International, Vol. 9, 2158-2207.
- ASTM B348. (1995). *Standard Specification for Titanium and Titanium Alloys Bar and Billets*. American Society for Testing and Materials, USA.
- BOKSTEIN, S. Z. & EMEL, Y. (1970). Redistribution of Impurity Atoms by Diffusion in Titanium Alloys During  $\alpha \rightarrow \beta$  Transformation. *Diffusion Processes in Metals*. Akademiya Nauk Ukrainskoi SSSR, 5-12.
- BOYER, R. R. (1990). *Titanium and Titanium Alloy*. ASM Metals Handbook. (9th Edition), USA, ASM International, Vol. 9, 458-505.
- BRICK, R. M., GORDON, R. B., PHILLIPS, A. (1995). *Structure and Properties of Alloys: The Application of Phase Diagrams to the Interpretation and Control of Industrial Alloy Structures*. (Third Edition), USA, McGraw-Hill, 383-400.
- CAMERO, S., RODRÍGUEZ, C., YÉPEZ, U. (1998). Tratamientos Térmicos y Relación Microestructura-Dureza en una Aleación Ti-4,5Al-3V. *Revista de la Facultad de Ingeniería (UCV, Caracas)*, 13(2): pp. 27-34.
- DE SOUZA, K. A. & ROBIN, A. (2003). Preparation and Characterization of Ti-Ta Alloys for Application in Corrosive Media. *Materials Letters*, 57(20): pp. 3010-3016.
- EYLON, D., FROES, F. H., GARDIER, R. W. (1983). Developments in Titanium Alloys Casting Technology. *Journal of Metals*, 35(2): pp. 35-45.

- FUJII, H. (1994). Continuous Cooling Transformation Characteristics of  $\alpha+\beta$  Titanium Alloys. Nippon Steel Technical Report, 62: pp.74-79.
- GYPEN, L. A. & DERUYTTERE, A. (1985). New Tantalum Base Alloys for Chemical Industry Applications. Metal Progress, 127(2): pp. 27-34.
- JOVANOVIĆ, M. T., TADIĆ, S., ZEC, S., MISKOVIĆ, Z., BOBIĆ, I. (2006). The Effect of Annealing Temperatures and Cooling Rates on Microstructure and Mechanical Properties of Investment Cast Ti-6Al-4V Alloy. Materials and Design, 27: pp. 192-199.
- KAWAHARA, H. (1992). Cytotoxicity of Implantable Metals and Alloy. Bulletin of the Japan Institute of Metals, 31(12): pp. 1033-1039.
- KNOLL, P. K., SCHAEFFER, L. (2006). Análise Microestrutural da Liga de Titânio  $\alpha+\beta$ , Ti-6Al-4V, Forjada a Quente. Recuperado el 2 de marzo de 2011, de <http://www.metallum.com.br/17cbecimat/resumos/17Cbecimat-311-051.pdf>
- LÜTJERING, G. (1998). Influence of Processing on Microstructure and Mechanical Properties of ( $\alpha+\beta$ ) Titanium Alloys. Materials Science and Engineering, A243: pp. 32-45.
- OKAZAKI, Y., ITO, Y., ITO, A., TATEISHI, T. (1993). Effect of Alloying Elements on Mechanical Properties of Titanium Alloys for Medical Implants. Materials Transactions, JIM, 34(12): pp. 1217-1222.
- PÉREZ, J., GUTIÉRREZ, W., CAMERO, S., BISBAL, R., GONZÁLEZ, G., PÉREZ, M., DI PRINZIO, A., BENCOMO, A. (2011). Caracterización Microestructural de una Aleación TiAlV con Adición de Tántalo. Recuperado el 15 de febrero de 2011, de [http://actamicroscopica.ivic.gob.ve/uploads/Suplementos/Vol\\_20\\_Supp\\_A\\_2011](http://actamicroscopica.ivic.gob.ve/uploads/Suplementos/Vol_20_Supp_A_2011)
- PETERS, M., LÜTJERING, G., ZIEGLER, G. (1983). Control of Microstructure of ( $\alpha+\beta$ ) Titanium Alloys. Zeitschrift für Metallkunde, 74(5): pp. 274-282.
- PICAS, J. A. (2000). Caracterización y Optimización de la Aleación Ti-0,2Pd para Aplicaciones Clínicas. Recuperado el 10 de marzo de 2011, de <http://www.tesisenred.net/handle/10803/6041>
- RHODES, C. G. & PATON, N. E. (1979). Formation Characteristics of the  $\alpha/\beta$  Interface Phase in Ti6Al4V. Metallurgical Transaction A, 10A: pp. 209-216.
- STEINMANN, S. G. (1980). Bioinorganic Chemistry. Evaluation of Biomaterials. USA, John Wiley and Sons. 34 p.
- TARÍN, P. (1990). El Titanio y sus Aleaciones: Estado Actual. Parte I. Obtención, Procesos, Propiedades y Elementos de Aleación. Revista de Metalurgia (Madrid), 26(6): pp. 395-409.
- TARÍN, P. (1991). El Titanio y sus Aleaciones: Estado Actual. Parte II. Tratamientos, Aleaciones y Desarrollo. Revista de Metalurgia (Madrid), 27(1): pp. 35-49.
- WEGMANN, G., ALBRECHT, J., LÜTJERING, G., FOLKERS, K. D., LIESNER, C. (1997). Microstructure and Mechanical Properties of Titanium Castings. Zeitschrift für Metallkunde, 88(10): pp. 764-773.