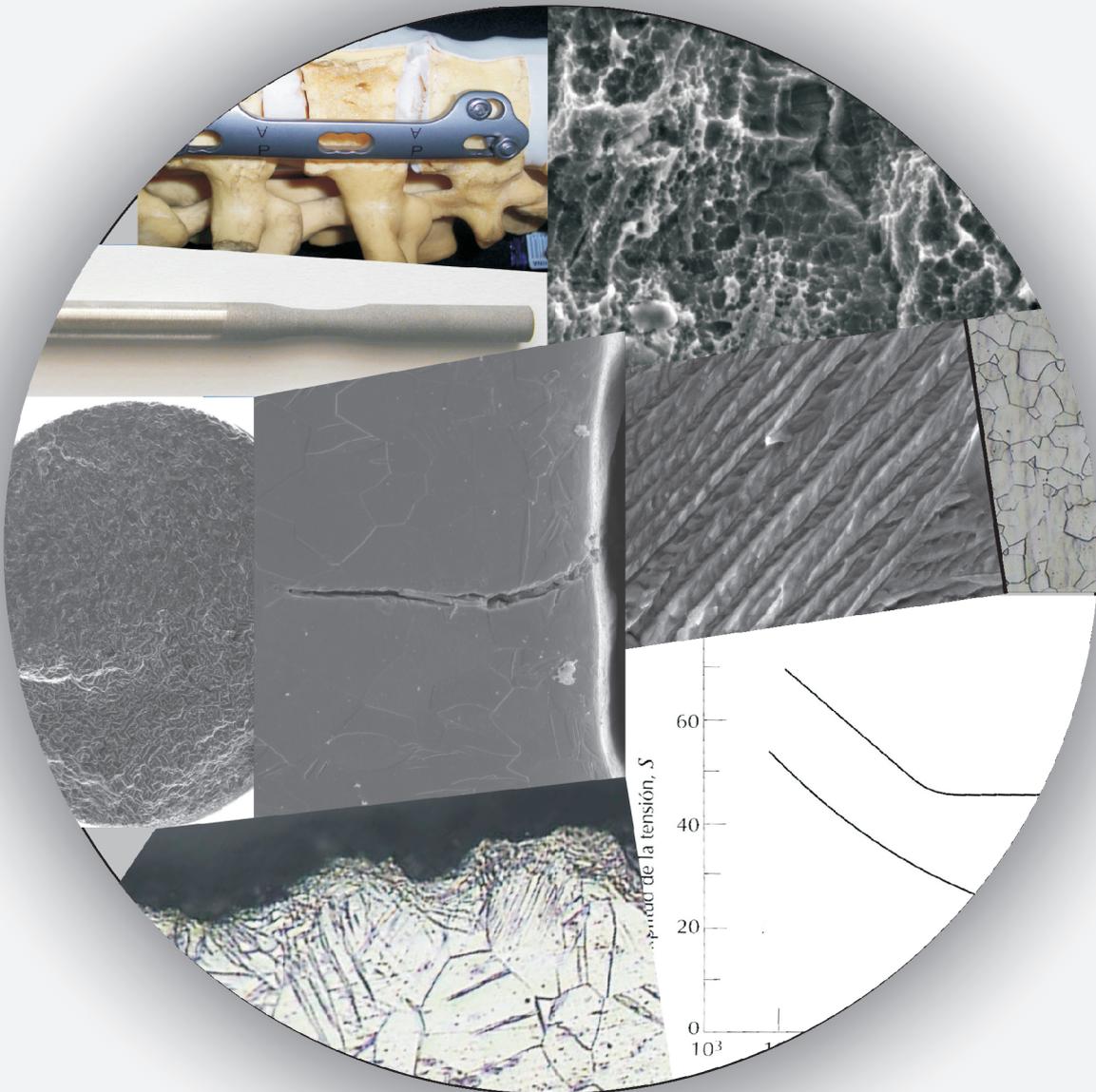


# TESIS DE INGENIERÍA MECÁNICA

## Efecto del tratamiento de superficie en la vida a la fatiga de titanio para aplicaciones biomédicas



Facultad de Ingeniería  
Universidad de Buenos Aires  
Octubre 2006

EFFECTO DEL TRATAMIENTO DE SUPERFICIE EN LA VIDA A LA FATIGA DE TITANIO PARA  
APLICACIONES BIOMÉDICAS

ALUMNO: Leonardo Martín Pazos

PADRÓN: 78.664

LUGAR DE TRABAJO: Laboratorio de Materiales, Departamento de Ingeniería Mecánica,  
Facultad de Ingeniería, Universidad de Buenos Aires. Laboratorio del Grupo Biomateriales,  
Centro de Investigación y Desarrollo en Mecánica, Instituto Nacional de Tecnología  
Industrial.

DIRECTOR DEL TRABAJO:

Ing. Luis de Vedia

CO-DIRECTORES DEL TRABAJO:

Dr. Ing. Hernán G. Svoboda

Dr. Ing. Pablo A. Corengia

FECHA DE INICIO: Septiembre de 2004

FECHA DE FINALIZACIÓN: Septiembre de 2006

INFORME FINAL APROBADO POR:

---

L. M. Pazos

---

H. G. Svoboda

---

P. A. Corengia

---

L. de Vedia

*A los incondicionales de siempre Ceci, Mari, Mamá, Papá y Sil*

## AGRADECIMIENTOS

En primer lugar quiero agradecer al Dr. Ing. Hernán Svoboda y al Dr. Ing. Pablo Corengia, dos personas muy influyentes en mi carrera y a las cuales aprecio muchísimo. Su vocación, sinceridad, compañerismo, amistad, humildad, los constituyen en personas dignas de emular. Gracias por tanto!!!

Al Ing. Luis de Vedia por acceder a ser el director de esta tesis. Gracias también por ser referente y consejero, destacando su buena predisposición siempre que se lo necesitó.

A mis amigos-compañeros del Grupo Biomateriales, Evange, Dany, Gabi (seguís estando), Belén y Leito (Bocha, Junior), por tenerme paciencia, brindarme su apoyo constantemente y por alegrarme los días con esa sana locura que compartimos a diario.

A todo el personal del Laboratorio de Materiales y Estructuras que me brindaron su hospitalidad y respeto por mi trabajo, además de tener que soportar el ruido de los interminables ensayos (10.000.000 ciclos = 40 horas!!!!). Pero especialmente agradecer a Vero, el Rao, Charly, Ariel y sobretodo al Melena (ehh Gato!!!...con botas), muchos de los logros de esta tesis se deben a tu desinteresada ayuda.

Al resto de los amigos-compañeros de INTI, Paulo, el Colo, Pablito (también seguís estando), Lea, Woro, Lucho, Agustín, Mario, y Dieguito, y a todas las personas de INTI-Mecánica que colaboraron en este trabajo, en especial a su Director, Ing. Jorge E. Schneebeli, y a la Lic. Luisa Bermúdez por confiar en mi trabajo.

Al Ing. Horacio De Rosa por abrirme las puertas del Laboratorio de Materiales allá por el 2001, y permitirme conocer durante todos estos años, a una persona transparente y sincera. Gracias por encaminar mi destino y mi presente profesional.

A la Dr. Alicia Roviglione por su apoyo y motivación constantes, y por estar presente en los momentos importantes en los que fue necesaria su ayuda.

A los amigos de la vida (¿cuál es la física?), Cude, Ezze, Tincho, Milo, Sergio, Ricky, Londry, Maxi y a los amigos que me acercó la música: Fidel, Ramiro, Pablo, José, Manzana, Lea (otra vez, jeje). Gracias por el aguante el metal!! Ya estoy en condiciones de volver a los ensayos, el fútbol, los recitales y las queridas cervezas....

A los amigos que me llevo de esta facultad, Alemán, Figura, Fede H, Martín, Paulo (acá también, por supuesto), Joni, Ema, Cisa, Fer Varela, Galimba, Nacho Tomé, Lafalche, Archelo, Fede K, Barone, Luisito Colombo, Luisito Lodato, Dipolo, Ale Micerda, etc., etc., .....por los años compartidos y el tributo a los asados!!!

A mis tíos y primos, por estar siempre presentes, brindándome su apoyo.

A los que están en todas, firmes: Ceci, Mari, Mamá, Papá, Sil...saben lo importante que son para mí y cuanto los quiero...ustedes marcan la diferencia!!!

En particular a vos, Sil, creo que no hace falta decirte todo lo importante que sos para mí y cuanto me ayudaste (y ayudas) siempre a cumplir mis objetivos, éste en particular es un logro del cual fuiste tan partícipe como yo....Ángel, gracias por ser y estar... *"la confianza, tu presencia, el saber que estás ahí..."*.

***Sigue girando...***

## RESUMEN

Los tratamientos de superficie que actualmente se utilizan en implantes dentales tienen como uno de sus objetivos aumentar la rugosidad y modificar la topografía a los efectos de incrementar el área de contacto implante-hueso y favorecer así el anclaje bio-mecánico, acortando el período de óseo-integración. Sin embargo, los efectos que estos pueden tener en la vida a la fatiga del material no son generalmente considerados.

En este trabajo se estudió el comportamiento a la fatiga de titanio c.p. grado 4, con distintos tratamientos de superficie de uso actual en implantes dentales. Estos tratamientos fueron ataque ácido, blasting y blasting + ataque ácido, analizándose también la condición de mecanizado como parámetro de referencia.

Se caracterizó la microestructura y propiedades mecánicas del material base, la topografía, la rugosidad superficial y los cambios microestructurales de las superficies en estudio, así como las tensiones residuales que introdujeron los tratamientos. Se realizaron ensayos de fatiga por flexión rotativa y a partir de los resultados se construyó la curva  $\sigma$ -N para cada caso, obteniéndose las ecuaciones de Basquin. Además, se caracterizaron las probetas ensayadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía óptica (OM).

Todos los tratamientos generaron superficies más rugosas que la utilizada como referencia. El ataque ácido generó defectos superficiales que actuaron como concentradores de tensión. El blasting y el blasting + ataque ácido también generaron concentradores de tensión de geometrías semejantes, pero menos severos que el ataque ácido. Además, estos tratamientos introdujeron tensiones residuales y deformación plástica superficial.

El ataque ácido evidenció una importante influencia sobre la vida a la fatiga, produciendo una disminución sensible del número de ciclos a la falla, mientras que el blasting y el blasting + ataque ácido no produjeron grandes variaciones respecto a la condición de referencia. Se analizó el efecto de los tratamientos de superficie en la nucleación de fisuras a través de un balance de tensiones, aplicando el principio de superposición desde un enfoque local. Desde esta perspectiva, la generación de concentradores de tensión y la introducción de tensiones residuales compresivas son variables que modifican la magnitud y distribución del perfil de la tensión local efectiva, mientras que el endurecimiento por deformación plástica altera la magnitud y el perfil de la tensión necesaria para la iniciación de una fisura (tensión crítica). En este sentido, para los tratamientos de blasting y blasting + ataque ácido se observó en algunas superficies de fractura de probetas ensayadas, un inicio subsuperficial, lo que estaría asociado a la introducción de tensiones residuales de compresión y al endurecimiento superficial generado.

Finalmente, las cuatro condiciones superficiales analizadas presentaron superficies de fractura con las mismas características, evidenciando que los mecanismos de propagación fueron similares y consistentes con los reportados para fatiga de alto ciclo de titanio puro.

## ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN	1-1
2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	2-1
Conceptos biológicos y biomecánicos	2-2
Materiales para aplicaciones biomédicas	2-2
Tratamientos de superficies utilizados en implantes dentales	2-4
Blasting	2-5
Grabado ácido	2-6
Blasting + Grabado ácido	2-7
Conceptos mecánicos y metalúrgicos	2-8
Fractura	2-8
Concentradores de tensión	2-8
Gradiente de tensiones	2-10
Mecánica de la Fractura Lineal Elástica (MFLE)	2-12
Validez de K	2-14
Consideraciones sobre la Mecánica de la Fractura Elasto-Plástica	2-16
Fatiga	2-16
Fatiga controlada por tensión, fatiga de alto ciclo	2-18
Características del proceso de fatiga	2-20
Iniciación de una fisura por fatiga	2-21
Efecto de la superficie en la iniciación	2-23
Rugosidad de la superficie	2-23
Tensiones residuales de la superficie	2-24
Cambios en las propiedades de la superficie	2-25
Propagación de una fisura por fatiga	2-26
Velocidad de propagación	2-28
Titanio	2-29
Estructura cristalina	2-30
Deformación por deslizamiento en metales hcp	2-31
Deformación por maclado en metales hcp	2-32
Mecanismo de fractura en tracción del titanio c.p.	2-33
Microestructura	2-34
Propiedades de fractura y fatiga del titanio	2-35
Vida a la fatiga	2-35
Efecto de los tratamientos de superficie	2-36

Propagación de fisuras en fatiga de alto ciclo	2-36
Facetas de clivaje	2-37
Estricciones	2-37
Surcos	2-38
3. MATERIALES Y MÉTODOS	3-1
Técnicas y ensayos utilizados	3-2
Microscopía Electrónica de Barrido	3-2
Preparación de muestras	3-3
Aplicaciones del MEB en Fractografía	3-4
Perfilometría	3-5
Difracción de Rayos X	3-6
Ley de Bragg	3-6
Tensiones Residuales	3-7
Microtensiones	3-8
Macrotensiones	3-9
Aplicaciones del ensayo de fatiga por flexión rotativa	3-10
Procedimiento experimental	3-11
Etapa I – Caracterización del material	3-12
Ensayo realizados para caracterizar el material	3-12
Composición química	3-12
Análisis microestructural	3-12
Ensayo de tracción	3-13
Ensayo de microdureza Vickers	3-13
Análisis por Difracción de Rayos X	3-13
Etapa II – Realización y caracterización de los tratamientos de superficie	3-13
Realización de los tratamientos de superficie	3-14
Tratamiento de Grabado Ácido	3-14
Tratamiento de Blasting	3-14
Tratamiento de Blasting + Grabado Ácido	3-15
Análisis realizados para caracterizar las superficies	3-15
Topografía	3-16
Rugosidad	3-16
Análisis microestructural	3-16
Tensiones residuales	3-16
Etapa III – Ensayos de fatiga y caracterización de probetas ensayadas	3-17
Ensayo de fatiga por flexión rotativa	3-17

Cálculo de tensión. Metodología	3-18
Caracterización de probetas ensayadas	3-20
Superficies de fractura	3-20
Nucleación de fisuras por fatiga	3-20
4. RESULTADOS ETAPA I	4-1
Etapa I – Caracterización del material	4-2
Análisis químico	4-2
Análisis microestructural	4-2
Ensayo de tracción	4-3
Ensayo de microdureza Vickers	4-7
Análisis por Difracción de Rayos X	4-7
5. RESULTADOS ETAPA II	5-1
Etapa II – Realización y caracterización de los tratamientos de superficie	5-2
Realización de los tratamientos de superficie	5-2
Caracterización de los tratamientos de superficie	5-2
Topografía	5-2
Rugosidad	5-6
Análisis microestructural	5-8
Mecanizado	5-8
Grabado Ácido	5-9
Blasting	5-10
Blasting + Grabado Ácido	5-13
Tensiones residuales	5-14
6. RESULTADOS ETAPA III	6-1
Etapa III – Ensayos de fatiga y caracterización de probetas ensayadas	6-2
Ensayos de fatiga por flexión rotativa	6-2
Caracterización de probetas ensayadas	6-3
Superficies de fractura	6-3
Localización del inicio	6-3
Características topográficas	6-3
Modo de propagación de la fisura	6-8
Nucleación de fisuras por fatiga	6-9
Concentradores de tensión	6-9
Mecanizado	6-9
Grabado ácido	6-10

Blasting	6-11
Blasting + Grabado ácido	6-12
Inicio Subsuperficial	6-12
7. DISCUSIÓN	7-1
Efecto de los tratamientos de superficie en la vida a la fatiga	7-2
Consideraciones generales de los efectos de los tratamientos de superficie	7-2
Topografía y defectos superficiales	7-3
Deformación plástica superficial y tensiones residuales	7-6
Enfoque local de tensiones	7-7
Tensión crítica	7-7
Tensión efectiva	7-8
Balance de tensiones	7-12
Vida a la fatiga	7-13
Propagación de fisuras por fatiga	7-15
Propagación estable	7-15
Propagación inestable	7-16
8. CONCLUSIONES	8-1
9. REFERENCIAS	9-1
10. PERSPECTIVAS	10-1

# CAPÍTULO 1

I  
N  
T  
R  
O  
D  
U  
C  
C  
I  
Ó  
N

## **INTRODUCCIÓN - 1**

Hoy en día la ciencia e ingeniería de materiales está teniendo un desarrollo constante y de ello no están exentos aquellos materiales utilizados por la medicina y la odontología. Las exigencias para éstos son muy diversas ya que además de los condicionamientos y requisitos mecánicos, que como todo componente mecánico deben cumplir, están también las propiedades que le impone el uso con seres vivos, por ejemplo, no ser tóxicos, no producir alergias o efectos deletéreos sobre tejidos u órganos, etc.

Es evidente que un mismo material no puede cumplir con todos los requerimientos que se le imponen en forma óptima, es por eso que frecuentemente, con el fin de optimizar la funcionalidad del componente, se recurre al empleo de tratamientos superficiales, en especial cuando se trata de aplicaciones biomédicas. Esto se debe a que la interacción entre un biomaterial y el organismo es un proceso netamente superficial. Por esta razón, con un tratamiento de superficie, además de mejorar propiedades como resistencia a la corrosión, al desgaste, a la fatiga es posible lograr la biocompatibilidad del material, mejorar la óseo-integración, limitar las reacciones adversas, fomentar o restringir el intercambio iónico, etc. Dentro de los materiales para aplicaciones biomédicas el titanio comercialmente puro es ampliamente utilizado, en particular en implantes dentales, debido a su capacidad de óseo-integrarse, sus propiedades mecánicas y a la biocompatibilidad que le brinda su óxido superficial. Sin embargo, el éxito clínico de una implantación se encuentra íntimamente ligado a las características de superficie que presenten dichos implantes, ya que éstas tienen una fuerte influencia sobre muchos fenómenos que pueden conducir al fracaso del implante como son la corrosión, el desgaste, la fatiga y la óseo-integración, entre otros. En este sentido, se sabe que el crecimiento, adhesión y proliferación de células osteogénicas está fuertemente relacionado con características superficiales tales como la rugosidad, la topografía, la tensión superficial.

Con el fin de mejorar las propiedades de óseo-integración y reducir así el tiempo de cicatrización ósea, se modifican la rugosidad y topografía a través de tratamientos superficiales. Actualmente, dentro de la gran variedad de tratamientos de superficie diseñados para su uso en biomateriales, en particular para implantes dentales de titanio, los más utilizados son el blasting, el ataque ácido y una combinación de ambos (blasting + ataque ácido), usualmente llamada SLA.

Las únicas complicaciones y fallos en implantes que se pueden atribuir al empleo del titanio tienen su origen en aspectos biomecánicos. Los implantes generalmente están sometidos a cargas cíclicas, lo cual lleva a la rotura de los mismo al cabo de varios años de funcionamiento como resultado de la fatiga mecánica del material. Si bien estos

tratamientos introducen importantes mejoras en las propiedades mencionadas, la vida a la fatiga de los componentes tratados puede verse fuertemente modificada, debido a las tensiones residuales introducidas durante el tratamiento, la rugosidad superficial, la generación de defectos, el endurecimiento superficial por deformación plástica, etc.

El objetivo de este trabajo es evaluar el efecto de los tratamientos de superficie blasting, grabado ácido y blasting + ataque ácido, en la vida a la fatiga de titanio comercialmente puro. En este sentido, se buscará comprender los mecanismos actuantes e identificar las variables fundamentales que controlan la nucleación y el crecimiento de fisuras por fatiga bajo las distintas condiciones superficiales en estudio.

## **CAPÍTULO 2**

**R  
E  
V  
I  
S  
I  
Ó  
N  
  
B  
I  
B  
L  
I  
O  
G  
R  
Á  
F  
I  
C  
A**

## REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA - 2

### CONCEPTOS BIOLÓGICOS Y BIOMECÁNICOS

#### **Materiales para aplicaciones biomédicas**

Los biomateriales y los productos biomédicos en general, son diseñados y fabricados con el propósito de asistir a la recuperación de tejidos (óseos, musculares, epiteliales, etc.) e incluso reemplazarlos. Como en toda ciencia o actividad en constante desarrollo, muchos de los términos utilizados tienen diferentes definiciones y enfoques. Tomando aquellas más difundidas y amplias, un biomaterial es un material biocompatible, destinado para reparar o sustituir tejidos, órganos o funciones y que por lo tanto tendrá su superficie en contacto con tejidos biológicos. El término biocompatible implica que este material no debe producir efectos nocivos en ningún tejido, cercano o no a la zona de implantación, durante todo el tiempo que se prevea su permanencia en contacto con el organismo [1-3]. Ejemplos muy difundidos de biomateriales son los implantes odontológicos que reemplazan la raíz de uno o más dientes, lentes intraoculares, implantes de cóclea, stents, válvulas cardíacas, prótesis articulares y sistemas internos de fijación de fracturas óseas, entre otros.

Respecto a los productos biomédicos, es común que se identifique de esta manera a todos aquellos dispositivos que de alguna manera asisten al tratamiento médico, y que generalmente estarán en contacto con tejidos en forma transitoria. Alguno de estos ejemplos son los guantes de látex, instrumentos quirúrgicos externos e internos, apósitos, agujas hipodérmicas, catéteres, etc.

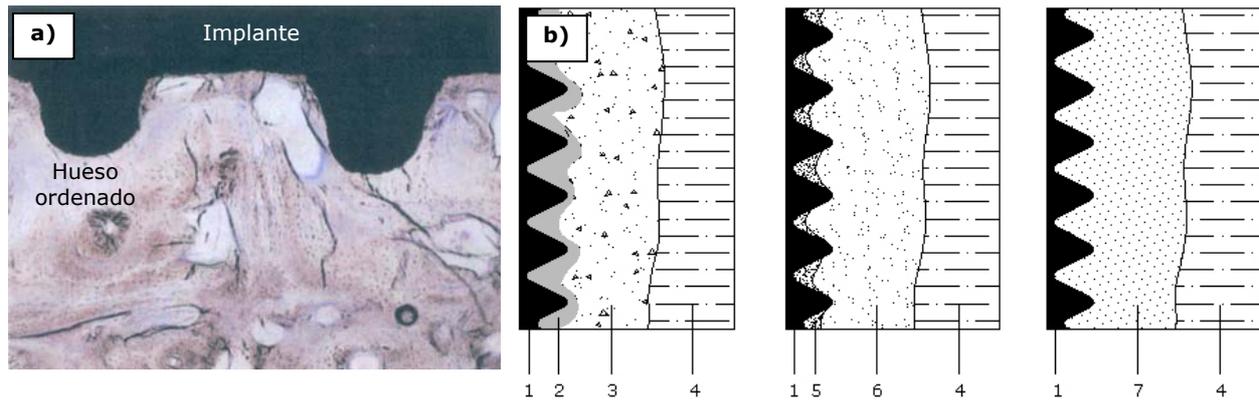
Dentro de la familia de biomateriales, los biomateriales metálicos son ampliamente utilizados debido a su gran aplicación en tres grandes grupos de implantes óseos: prótesis de cadera y de rodilla; tornillos, placas, clavos y tutores para fijaciones internas de fracturas; e implantes dentales (Figura 2-1).

Existen dos formas de fijar los implantes metálicos al hueso y estas dependen básicamente de las características del material y su interacción con los tejidos. Existe la posibilidad que el organismo reconozca al implante como un cuerpo extraño induciéndose una respuesta local del sistema inmunológico pero siendo finalmente aceptado por el organismo. Ante este tipo de material, la respuesta típica del tejido óseo es la encapsulación en fibras de colágeno o fibro-integración. Para lograr una fijación estable de este tipo de implantes es necesario el empleo de cementos, como el Polimetilmetacrilato (PMMA). Este método de fijación es utilizado en implantes de acero inoxidable, por ejemplo, en prótesis totales o parciales de cadera.



**Figura 2-1.** Implantes metálicos en general. a) Implante de cadera, b) implante de rodilla, c) fijación de columna y d) implante dental

Por otro lado, existen algunos materiales metálicos que no son reconocidos como cuerpos extraños y permiten que hueso compacto (nuevo hueso) rodee al implante sin evidencias de tejido blando entre el hueso ileso y la superficie del implante, generándose así un anclaje biológico-mecánico u óseo-integración. Se define entonces como óseo-integración a la conexión directa estructural y funcional entre el hueso vivo ordenado, y la superficie de un implante sometido a carga. Sobre esta base surge el concepto de implante óseo-integrado (Figura 2-2a). Este proceso de óseo-integración consta de varias etapas que se esquematizan en la Figura 2-2b. En primer lugar, luego de la implantación de la pieza, la superficie de la misma se encuentra rodeada por sangre, a raíz de lo cual, se produce un hematoma. Asimismo, parte del hueso de las adyacencias se encuentra dañado como consecuencia de la intervención quirúrgica. A medida que pasa el tiempo, a partir del hematoma comienza a generarse nuevo hueso y, a su vez, el hueso que estaba dañado comienza a recuperarse. Finalmente, el proceso de óseo-integración culmina cuando entre el implante y el hueso sano que nunca fue dañado, sólo existe nuevo hueso sano.



**Figura 2-2.** Implante dental óseo-integrado. a) Corte histológico, b) Proceso de óseo-integración: 1-Titanio, 2-Hematoma, 3-Hueso dañado, 4-Hueso sano, 5-Hematoma transformándose en nuevo hueso, 6-Hueso dañado recuperándose, 7-Nuevo hueso sano

El titanio y sus aleaciones se destacan dentro de los biomateriales tanto por la excelente biocompatibilidad y alta pasividad química del óxido que cubre sus superficies, como por sus propiedades mecánicas y su posibilidad de óseo-integrarse, motivos por los que se ha generalizado su utilización en aplicaciones biomédicas [4].

En el caso particular de los implantes dentales, es requisito indispensable que el material utilizado sea óseo-integrable, esta necesidad sumada a su elevada relación Resistencia mecánica-Peso y a las propiedades citadas anteriormente posicionan al titanio en un lugar de privilegio para su uso en implantología [5-8].

### **Tratamientos de superficie utilizados en implantes dentales**

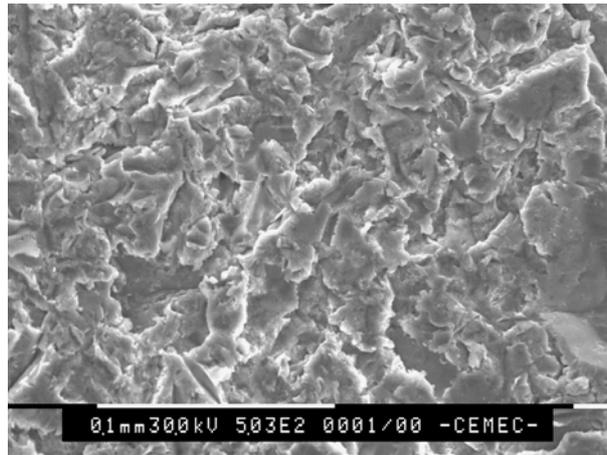
En el caso de los biomateriales, los tratamientos de superficie tienen como objeto modificar las características superficiales de los implantes y de esta manera actuar sobre la biocompatibilidad, reducir los tiempos de óseo-integración, estimular una mayor regeneración ósea y provocar un menor impacto en los tejidos vivos circundantes, entre otros [9]. Entre las características de superficie que debe tener un implante dental, una de las más importantes es la topografía [10]. Por ello, el desarrollo y uso de tratamientos de superficie para la modificación de implantes dentales se basan en la teoría que, una topografía que aumenta la rugosidad de la superficie del implante genera una mejora de la óseo-integración [11,12]. En este sentido, existe mucha evidencia para asegurar que la respuesta biológica del organismo depende de las características topográficas, y en el caso concreto de los implantes dentales, ya se ha llevado a cabo un número apreciable de estudios de caracterización de la rugosidad para correlacionarla con la respuesta *in vivo* [13-15]. Por esta razón, se han desarrollado muchas superficies con características topográficas distintas obtenidas a través de recubrimientos (plasma spray de titanio [TPS]), abrasión (blasting de TiO<sub>2</sub> o blasting con materiales soluble/reabsorbibles [S/RBM], blasting, blasting + ataque ácido (óxido de aluminio y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/HCl), anodizado, trabajado en

frío, sinterizado (Endopore), magnetron sputtering ( $\text{CaPO}_4$ , apatitas) y diferentes métodos de ataque químico ( $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{HCl}$ ). Sin embargo, respecto a la respuesta biológica que producen estos tratamientos, es posible hallar opiniones encontradas al respecto, ya que todavía no se ha desarrollado un tratamiento con resultados óptimos [16]. En este punto, por ejemplo, aún se desconoce cuales son los valores óptimos de rugosidad, y a su vez, qué parámetros son más adecuados para representar las micro-irregularidades que la componen [17].

### **Blasting**

El tratamiento de blasting consiste en una proyección de partículas abrasivas sobre una superficie. Cuando las partículas impactan en la superficie provocan arranque del material y deformación plástica localizada. Lo primero se aprovecha para la limpieza de las superficies y lo segundo, para hacer rugosa a la superficie, para eliminar defectos (rebabas, poros, microgrietas) de procesos de fabricación previos (mecanizado, moldeo), y para inducir una capa superficial de tensiones residuales de compresión [18,19]. Su aplicación en biomateriales, y en particular en implantes dentales, está asociada al objetivo de lograr un aumento de rugosidad de la superficie. En general, las partículas utilizadas para el tratamiento de biomateriales son de óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), de vidrio ( $\text{SiO}_2$ ), de óxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) y de hidroxiapatita ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ). Las mismas pueden poseer diferentes tamaños a fin de lograr distintos valores de rugosidad. Básicamente, a mayor tamaño de partícula utilizado, mayor es la rugosidad obtenida. Respecto a la introducción de tensiones residuales se sabe que a medida que disminuye el tamaño de las partículas utilizadas el valor de las tensiones residuales compresivas aumenta [17]. Sin embargo, el tamaño de partícula no es el único parámetro que condiciona los valores de rugosidad e intensidad de tensiones residuales ya que, en este sentido, la presión, el tiempo y la distancia de la boquilla a la pieza juegan un papel preponderante. Otro factor a tener en cuenta es que el bombardeo puede afectar el comportamiento frente a la corrosión del implante en el medio biológico [20-27]. En este sentido, el simple hecho que las partículas provoquen heterogeneidad química en la superficie del implante puede afectar a la corrosión del Ti c.p. Además, la cesión al medio, de partículas adheridas procedentes del granallado, puede interferir con la adecuada mineralización del hueso [17].

En la Figura 2-3 se muestra una imagen, obtenida por microscopía electrónica de barrido, de este tipo de topografía.



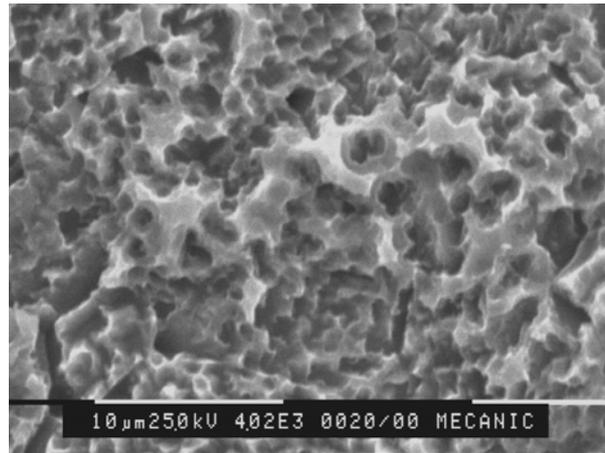
**Figura 2-3.** Micrografía de una superficie con tratamiento de blasting con Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 500x [28]

### **Grabado ácido**

El grabado o ataque ácido es un tratamiento basado en la corrosión controlada de la superficie de un material sumergido en una solución ácida. La solución ácida depende del material que se quiere tratar, para el titanio se utilizan soluciones de ácido fluorhídrico (HF), nítrico (HNO<sub>3</sub>), clorhídrico (HCl) o sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Estos ácidos pueden utilizarse solos o combinados, generalmente se utilizan mezclas de HF y HNO<sub>3</sub> o mezclas de HCl y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. La utilización de estos ácidos produce superficies rugosas y una topografía con microhuecos de tamaño variable (Figura 2-4). Sin embargo, el grado de corrosión de la superficie está íntimamente ligado con la concentración de la solución, el tiempo de tratamiento y la temperatura a la que se realiza el mismo.

Una de las ventajas principales que presenta este tratamiento es que se consiguen superficies rugosas sin agregar partículas foráneas en la superficie [29]. Sin embargo, se ha reportado como desventaja, la presencia de hidrógeno en la subsuperficie luego de la realización del tratamiento, el cual puede alterar las propiedades mecánicas de la superficie [30].

Este tratamiento puede ser realizado en dos etapas, utilizando para ello soluciones de ácidos distintos, o combinarse con otros tratamientos. El ejemplo más difundido de este último caso está dado por un tratamiento de blasting, seguido por la inmersión en ácido. Además de modificar la rugosidad superficial, el ataque ácido es utilizado para desincrustar restos sólidos de contaminantes, eliminar la capa de óxido natural y eliminar tensiones [17].

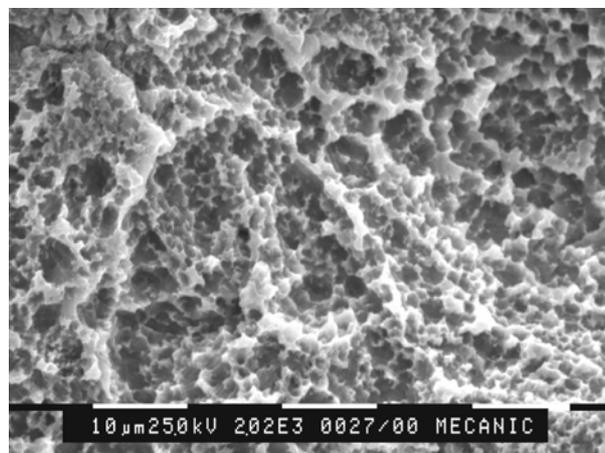


**Figura 2-4.** Micrografía de una superficie con tratamiento de ataque ácido, 4000x [31]

### **Blasting + Grabado ácido**

El tratamiento que combina los tratamientos de blasting y de grabado ácido es denominado usualmente con la sigla SLA<sup>®</sup> (desarrollado por el Instituto Straumann AG, Waldenburg, CH). En este tipo de tratamiento dual, se realiza en primer lugar el tratamiento de blasting y posteriormente el tratamiento de grabado ácido. Así se consiguen dos escalas de rugosidad, la mayor asociada al blasting y sobre ella microhuecos característicos del ataque ácido, como se muestra en la Figura 2-5.

Estudios han demostrado que implantes con blasting + grabado ácido exhiben valores de torque de extracción (RTV: removal torque values) significativamente mayores que implantes con ataque ácido. Sumado a esto, existen evidencias que con este tratamiento se consigue el mayor porcentaje de superficie de contacto hueso-implante, si lo comparamos con el blasting, el ataque ácido o el plasma spray de titanio [29]. Sin embargo, este tratamiento presenta las mismas desventajas que el ataque ácido y el blasting, es decir, la incrustación de partículas foráneas en la superficie y la potencial difusión de hidrogeno en el material [30].



**Figura 2-5.** Micrografía electrónica de una superficie con tratamiento dual de blasting + ataque ácido, 2000x [32]

Finalmente, todos los beneficios de la aplicación de tratamientos de superficie a implantes óseo-integrables, en particular a implantes dentales, se asocian a la reducción del período de cicatrización ósea u óseo-integración. Todas las características superficiales mencionadas apuntan a mejorar la respuesta a corto plazo del componente mecánico, aumentando el área de contacto hueso-implante, favoreciendo la adhesión o la proliferación celular, etc. Si bien estos tratamientos introducen importantes mejoras en las propiedades mencionadas, la vida a la fatiga de los componentes tratados puede verse fuertemente modificada, debido a las tensiones residuales introducidas durante el tratamiento, rugosidad superficial, generación de defectos, etc. [33-35].

## CONCEPTOS MECÁNICOS Y METALÚRGICOS

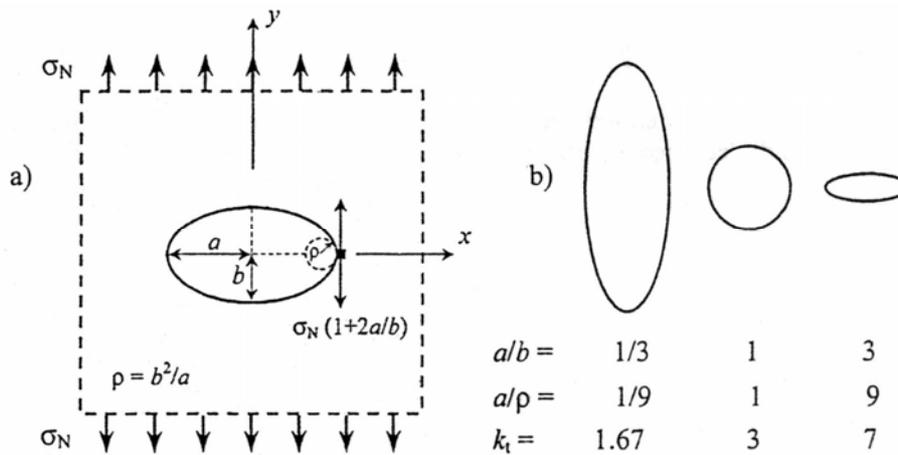
### Fractura [35-39]

#### **Concentradores de tensión**

Las discontinuidades geométricas en componentes solicitados producen concentración de tensiones. Estos defectos van en detrimento de la resistencia a la fractura debido a que una tensión aplicada puede ser amplificada o concentrada en la punta del defecto, en un grado que depende de la orientación y de la geometría del mismo. En el caso de concentradores geométricos, la concentración de tensiones es generalmente cuantificada utilizando el denominado *factor de concentración de tensiones*,  $k_t$ , el cual se define como la relación entre la tensión máxima producida por el concentrador y la tensión nominal que existiría sin la presencia del mismo.

$$k_t = \frac{\sigma_{\text{máx}}}{\sigma_n}$$

Es importante remarcar que la tensión nominal considerada en la expresión anterior ( $\sigma_n$ ), se calcula con la sección neta correspondiente a la sección que contiene al concentrador, ya que, se pueden cometer errores si se considera la tensión aplicada en ausencia del defecto ( $\sigma_N$ ). En la Figura 2-6 se muestra un caso típico de concentración de tensiones por defectos geométricos, en el cual, se supone un agujero de forma elíptica en una placa de dimensiones infinitas, y orientado con su eje mayor perpendicular a la tensión aplicada.



**Figura 2-6.** Concentración de tensiones por defectos geométricos. a) Placa infinita con agujero elíptico, en el vértice del concentrador la tensión efectiva es  $\sigma_N(1+2a/b)$ , b) efecto de la geometría en el valor de  $k_t$ .

En la Figura 2-6b se destaca que la severidad de la concentración de tensiones depende de la configuración del concentrador geométrico, principalmente del radio del mismo ( $\rho$ ).

Para llegar a la solución analítica de la concentración de tensiones se utilizan coordenadas elípticas y funciones complejas, y con ellas se pueden obtener expresiones que describen la distribución de tensiones en toda la placa. Sin embargo, si sólo analizamos la distribución de tensiones normales a lo largo del borde del agujero, la máxima tensión normal,  $\sigma_{máx}$ , se encuentra en el extremo del eje perpendicular a la tensión nominal ( $x=a, y=0$ ), y su valor está dado por la siguiente expresión,

$$\sigma_{máx} = \sigma_N * \left(1 + 2 \frac{a}{b}\right)$$

donde  $a$  y  $b$  son los semiejes de la elipse y  $\rho$  es el radio de la misma en el extremo del eje  $x$  y cuyo valor está dado por la siguiente relación:

$$\rho = \frac{b^2}{a}$$

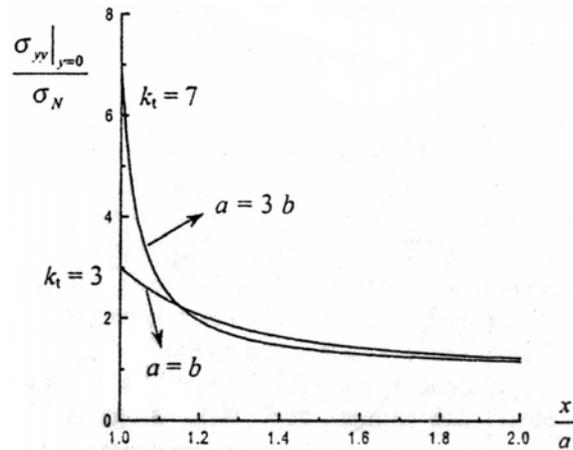
Teniendo en cuenta la definición del factor de concentración de tensiones y que, por ser la placa de dimensiones infinitas,  $\sigma_N = \sigma_n$ , el valor del factor estará dado por,

$$k_t = 1 + 2 \frac{a}{b} = 1 + 2 \sqrt{\frac{a}{\rho}}$$

Gradiente de tensiones

Otro aspecto muy importante relacionado con los concentradores de tensiones, es la distribución de tensiones generadas por los mismos, ya que, en muchos casos es necesario conocer qué tan rápido decrecen las tensiones a medida que nos alejamos de la superficie. La Figura 2-7 muestra la distribución de tensiones para un agujero elíptico ( $a/b=3$ ,  $k_t=7$ ) y un agujero circular ( $K_t=3$ ). La tensión decrece más rápidamente para el caso del concentrador mayor. Para un agujero elíptico en una placa de dimensiones infinitas, el gradiente de tensiones en el punto  $x=a$  puede escribirse como:

$$\frac{d\sigma_{yy}}{dx} \Big|_{x=a} = -\left(2 + \frac{1}{k_t}\right) * \frac{\sigma_{max}}{\rho}$$



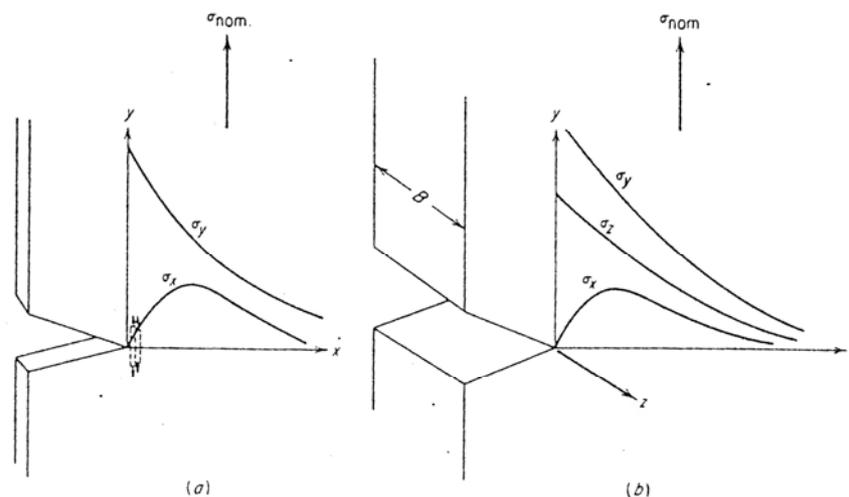
**Figura 2-7.** Distribución de tensiones detrás de un concentrador

Para un agujero en una placa infinita la única variable geométrica es el radio del agujero. Sin embargo, para un agujero en un componente de dimensiones finitas, las dimensiones de este último influyen sobre el valor de  $k_t$ . Por ejemplo, en una placa de dimensiones finitas es necesario tener en cuenta al menos el ancho de la misma. Para estos casos no existen soluciones analíticas y es necesario utilizar métodos aproximados (experimentales o numéricos) para estimar el  $k_t$  y el gradiente de tensiones.

En materiales dúctiles, cuando la tensión máxima en la punta del concentrador excede la tensión de fluencia, el material se deforma plásticamente. Un aumento ulterior de la carga produce un aumento local de la deformación en la zona altamente tensionada pero con un pequeño aumento de la tensión. Debido al endurecimiento por deformación, la tensión aumenta en las regiones adyacentes al concentrador, hasta que, si el material es suficientemente dúctil, la distribución de tensiones se torna básicamente uniforme. Por lo

tanto, un material dúctil cargado estáticamente no alcanza el valor teórico del factor de concentración de tensiones.

Como se dijo anteriormente, el flujo plástico comienza en la raíz de la entalla cuando la tensión local alcanza la tensión de fluencia del material. El flujo plástico relaja la elevada tensión elástica y limita el pico de tensión al valor de la tensión de fluencia del material. Sin embargo, existe un efecto adicional de la entalla que es producir un estado triaxial de tensiones en su adyacencia. En la Figura 2-8 se puede observar la distribución de tensiones detrás de la entalla para una placa delgada cargada uniaxialmente (estado plano de tensión), y la presencia de triaxialidad cuando el espesor de la placa es mayor que la profundidad del defecto (estado plano de deformación). El efecto de la triaxialidad puede ser muy perjudicial para materiales propensos a la rotura frágil.



**Figura 2-8.** Distribución de tensiones detrás de la entalla. a) Tensiones elásticas detrás de la entalla en una placa delgada (estado plano de tensiones); b) tensiones elásticas detrás de la entalla en una placa de mayor espesor (estado plano de deformaciones)

En este sentido, se puede resumir que la presencia de un concentrador de tensión en una probeta bajo carga uniaxial introduce tres efectos:

- i. existe un incremento o concentración de la tensión en la raíz de la entalla,
- ii. se genera un gradiente de tensión desde la raíz de la entalla hacia el centro de la muestra,
- iii. se genera un estado triaxial de tensiones.

Por lo tanto, el efecto de un concentrador de tensión es mucho más pronunciado en un material frágil que en uno dúctil. Pero, aunque los concentradores de tensión no son peligrosos en materiales dúctiles cargados estáticamente, tienen mucha influencia cuando los materiales dúctiles están sometidos a condiciones de fatiga.

Finalmente, la concentración de tensiones puede deberse no sólo a la presencia de discontinuidades geométricas (agujeros, entallas), sino también a la rugosidad superficial y a concentradores de tensión metalúrgicos como poros, inclusiones o descarbonización.

### **Mecánica de la Fractura Lineal Elástica (MFLE)**

Como se explicó anteriormente, el factor de concentración de tensiones  $k_t$  define la tensión máxima en función de la tensión nominal. La severidad de la concentración de tensiones depende de la configuración geométrica del mismo, y generalmente, aumenta con la disminución del radio del concentrador. Si este radio es muy pequeño, como en el caso de una fisura, el efecto concentrador de tensiones, y por ende la tensión máxima, aumenta considerablemente, mucho más allá de la tensión de fluencia del material. En este caso, el concentrador de tensiones deja de tener sentido físico, y por lo tanto es necesario utilizar otro concepto para definir la severidad de la distribución de tensiones frente a la punta de la fisura. Surge así el *factor de intensidad de tensiones*,  $K$ , desarrollado a partir del trabajo de Irwin que dio lugar a la teoría de la Mecánica de la Fractura Lineal Elástica. Si consideramos un sistema de coordenadas polares con su origen en el vértice de la fisura, puede demostrarse que para todo cuerpo fisurado que se comporta en forma lineal elástica, el campo de tensiones en el entorno de dicho vértice está dado por la siguiente expresión:

$$\sigma_{ij} = \frac{K}{\sqrt{2 * \pi * r}} f_{ij}(\theta)$$

con

$$K = Y * \sigma_N * \sqrt{\pi * a}$$

donde  $f_{ij}(\theta)$  es una función que representa los términos de una serie de  $\cos \theta$  y  $\sin \theta$ , y donde el término  $Y$ , es un parámetro que queda definido por la geometría considerada y el tipo de sollicitación (flexión, tracción, torsión). A partir de esta expresión podemos inferir que la distribución de tensiones muestra una singularidad, ya que todas las tensiones tienden a infinito para  $r$  tendiendo a cero. Debemos remarcar que la expresión es válida sólo en el entorno de la punta de la fisura, donde la singularidad domina el campo de tensiones. Lejos de la punta de la fisura las tensiones son definidas por las condiciones de contorno (tensión nominal).

En el origen de coordenadas ( $r \rightarrow 0$ ), o sea en la punta de la fisura, las tensiones se hacen infinitas. Esta singularidad puede generar dificultades conceptuales, ya que hay que tener en cuenta que se producirá deformación plástica en la región de tensiones muy altas, por lo que habrá entonces, una zona plástica asociada a la punta de la fisura. Esto nos indicaría que la teoría de la mecánica de fractura lineal elástica no podría aplicarse a materiales que experimentan deformación plástica. Sin embargo, existen dos análisis simples que permiten

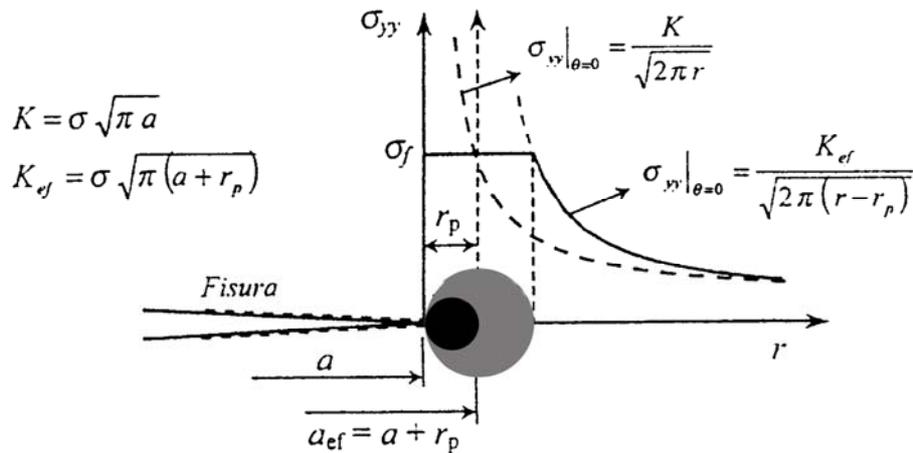
extender la MFLE a aquellas situaciones donde existe fluencia en pequeña escala en el vértice de la fisura. Uno de los análisis fue presentado por Irwin, quien encontró que la presencia de esta zona plástica muestra la existencia de un  $K$  efectivo más alto. Comprobó que una buena aproximación al cálculo de este  $K_{ef}$  se obtenía considerando una longitud de fisura efectiva igual  $a_{ef} = a + r_p$ , donde  $r_p$  representa el tamaño de la zona plástica en el vértice de la fisura. Básicamente, para la estimación del tamaño de la zona plástica se utiliza la solución para el campo de tensiones que resulta de aplicar la expresión para  $\theta=0$  ( $f_{ij}(\theta) = 1$ )

$$\sigma_{yy} |_{\theta=0} = \frac{K}{\sqrt{2 * \pi * r}}$$

Si se asume que el material tiene una tensión de fluencia  $\sigma_f$ , que no endurece por deformación, y considerando un estado plano de tensiones y como criterio de fluencia que  $\sigma_{yy} = \sigma_f$ , se puede estimar el radio  $r_p$  que define el límite de la zona plástica, igualando la tensión  $\sigma_{yy}$  de la expresión anterior al valor de  $\sigma_f$ , de donde obtenemos:

$$r_p = \frac{1}{2 * \pi} \left( \frac{K}{\sigma_f} \right)^2$$

La solución elástica lineal que nos da el análisis de tensiones de Irwin pierde validez en la zona deformada plásticamente. Además, la existencia de plasticidad modifica la solución elástica, tal como se aprecia en la Figura 2-9. La tensión  $\sigma_{yy}$  fuera de la zona deformada plásticamente tendrá una forma que puede ser descripta por una solución elástica lineal, pero correspondiente a una longitud de fisura algo mayor, denominada longitud efectiva de fisura,  $a_{ef} = a + r_p$ , para la cual se obtiene la distribución de tensiones dada por la línea continua. La condición para que lo anterior se cumpla es que la zona donde se desarrollan deformaciones plásticas tenga dimensiones pequeñas. Es decir, deben prevalecer las consideraciones de linealidad, considerándose a la deformación plástica sólo como una perturbación.



**Figura 2-9.** Campo de tensiones en el entorno de una fisura según MFLE

### Validez de K

Para que el parámetro  $K$  pueda describir unívocamente la distribución de tensiones frente al vértice de la fisura y, por lo tanto, pueda ser utilizado para caracterizar la tenacidad a la fractura de materiales, la zona deformada plásticamente debe ser lo suficientemente pequeña frente a las dimensiones de la zona elástica, donde el término  $K/(2\pi r)^{1/2}$  es el dominante en la descripción del estado de tensiones. En aplicaciones correspondientes a estados de deformación plana, se considera "válido" un análisis elástico cuando el radio plástico es menor que el 2% de cualquier dimensión característica de la probeta o estructura. Esta condición se verifica cuando se cumple la siguiente expresión:

$$a, t, (H-a) \geq 2.5 * \left[ \frac{K}{\sigma_f} \right]^2$$

donde  $t$  es el espesor de la chapa y  $(H-a)$  es el ligamento remanente.

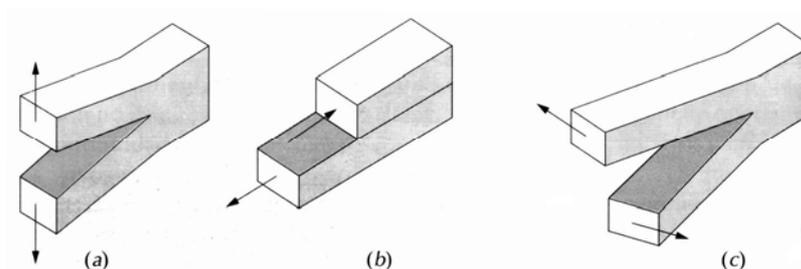
Para materiales tenaces, donde pueden generarse importantes zonas plásticas antes de la fractura, son necesarios espesores importantes y a veces las dimensiones mínimas requeridas para las probetas se encuentran cercanas al metro de longitud. Esto, además de ser extremadamente oneroso, es difícil de implementar porque pocos laboratorios poseen máquinas de ensayo con capacidad suficiente, o porque no se cuenta con el suficiente material. Para estos casos, que en la actualidad son mayoría, se ha desarrollado la mecánica de fractura elasto-plástica.

Finalmente podemos remarcar algunos conceptos importantes a tener en cuenta:

- Bajo las hipótesis de comportamiento lineal elástico y plasticidad reducida, existe un parámetro que gobierna el estado de tensiones en el entorno del vértice de la fisura,  $K$ .
- El estado de tensiones en el entorno del vértice de la fisura puede entonces ser calculado cualesquiera que sean las condiciones de geometría, carga y longitud de la fisura.
- Cuando el parámetro  $K$  alcanza un valor crítico, denominado  $K_C$ , la fisura puede crecer.
- El valor crítico  $K_C$  depende del espesor pero existe un mínimo  $K_{IC}$  (para espesor por encima de un determinado valor mínimo), que es propiedad del material y puede ser determinado experimentalmente mediante ensayos normalizados.
- Para prevenir la fractura de un componente se debe cumplir que

$$K(\text{geometría, carga, longitud de fisura}) < K_C(\text{material, temperatura})$$

Cabe destacar que existen tres modos fundamentales mediante los cuales una carga puede actuar sobre una fisura, y cada uno produce desplazamientos diferentes de la superficie de la misma. Estos modos están ilustrados en la Figura 2-10. El Modo I es el modo de apertura, y está asociado a una tensión de tracción aplicada en la dirección normal a las caras de la fisura. Este modo es el usado para los ensayos de tenacidad a la fractura, y los valores críticos de intensidad de tensiones determinados a partir de este ensayo, se designan  $K_{IC}$ . El Modo II es el modo de deslizamiento, y está asociado a una tensión de corte aplicada en la dirección normal al borde de entrada de la fisura pero en el plano de la misma. El Modo III es el modo de desgarre y está asociado a una tensión de corte aplicada en dirección paralela al borde de entrada de la fisura. Sin embargo, el Modo I es el que ocurre con mayor frecuencia.



**Figura 2-10.** Modos de desplazamiento de las superficies de la fisura. a) Modo I, modo de tracción, b) Modo II, modo de deslizamiento, c) Modo III, modo de desgarre

### Consideraciones sobre la Mecánica de la Fractura Elasto-Plástica (MFEP)

La Mecánica de la Fractura Lineal Elástica sólo puede ser aplicada en aquellos casos donde la deformación plástica queda confinada a una zona relativamente pequeña alrededor del vértice la fisura. En muchos materiales esta condición sólo se cumple para el caso de componentes de gran tamaño, por lo que en la práctica se torna imposible caracterizarlos utilizando la MFLE. Este problema ha podido ser resuelto por la teoría de la Mecánica de Fractura Elastoplástica (MFEP), que se aplica a materiales que exhiben deformación plástica en gran escala, utilizando parámetros fractomecánicos como el parámetro  $\delta$  (Crack Tip Opening Displacement, CTOD), o la integral J.

### Fatiga [35-39]

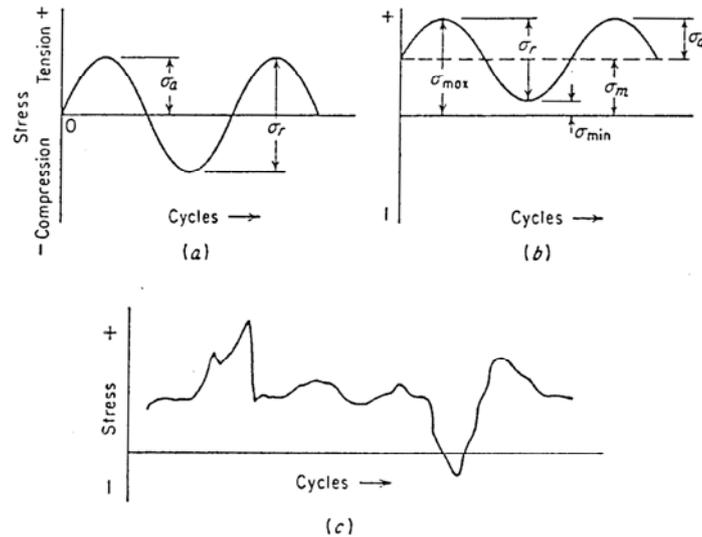
La mecánica de la fractura y el análisis de los concentradores de tensión son herramientas que nos permiten estudiar sólidos fisurados y definir criterios de fractura. Estos criterios comparan parámetros fractomecánicos con valores de resistencia del material analizado. En todos los casos, los valores de estos parámetros aplicados en un sólido, dependen de su geometría, de las sollicitaciones y de la longitud de la fisura. Si bien los criterios de fractura pueden mostrar que ante ciertas condiciones el colapso o fractura del sólido no es posible, existen mecanismos de daño que pueden propagar la fisura hasta generar la condición de fractura del sólido analizado. Entre estos mecanismos de propagación subcrítica de fisuras se destaca el de fatiga, generador del 80% de las fallas de componentes mecánicos.

La fatiga describe la rotura de materiales bajo la aplicación de cargas cíclicas. Estas cargas pueden ser asociadas a sollicitaciones axiales (tracción-compresión), de flexión o bien de naturaleza torsional, sin embargo existen tres factores básicos necesarios para producir la falla por fatiga. Estos son:

- i. la tensión máxima,
- ii. la amplitud de tensiones, y
- iii. el número de ciclos de tensión.

Todos estos factores están asociados con el mecanismo de propagación subcrítica de una fisura. Además, existen otras variables como la concentración de tensión, corrosión, temperatura, sobrecarga, estructura metalográfica, tensiones residuales y tensiones combinadas que tienden a alterar las condiciones de fatiga.

En general, son posibles tres modos distintos de Tensión fluctuante-Tiempo que se representan esquemáticamente en la Figura 2-11. Allí se indican también varios parámetros utilizados para caracterizar el ciclo de fluctuación de tensión.



**Figura 2-11.** Ciclos de carga típicos. a) Ciclo de tensión invertida, b) Ciclo de tensión repetida, c) Variación aleatoria de tensión

El *valor medio* de la amplitud de tensión,  $\sigma_m$ , se calcula como el promedio de las tensiones máximas y mínimas en cada ciclo, es decir,

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{m\acute{a}x} + \sigma_{m\acute{i}n}}{2}$$

Además, el *intervalo de tensiones*,  $\sigma_r$ , es justamente la diferencia entre  $\sigma_{m\acute{a}x}$  y  $\sigma_{m\acute{i}n}$

$$\sigma_r = \sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_{m\acute{i}n}$$

La *amplitud de tensión*,  $\sigma_a$ , es por lo tanto, la mitad del intervalo de tensiones, o sea

$$\sigma_a = \frac{\sigma_r}{2} = \frac{\sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_{m\acute{i}n}}{2}$$

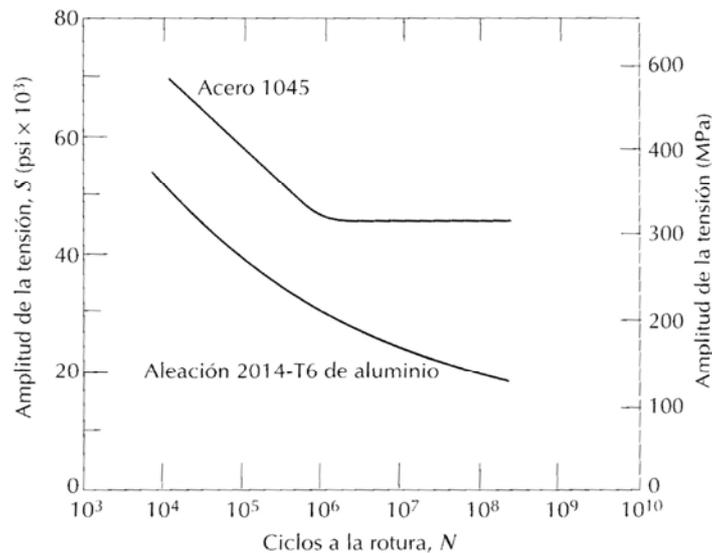
Finalmente, el *cociente de tensiones*, R, es el cociente entre las amplitudes mínima y máxima

$$R = \frac{\sigma_{m\acute{i}n}}{\sigma_{m\acute{a}x}}$$

Para el caso de un ciclo de inversión completa de carga, el valor de R es igual a -1.

### Fatiga controlada por tensión, fatiga de alto ciclo

El método clásico, desde el punto de vista ingenieril, para presentar características de fatiga de un material, es por medio de las curvas  $\sigma$ - $N$ , las cuales se representan en un gráfico de tensión,  $\sigma$ , en función del número de ciclos a la falla,  $N_f$  (Figura 2-12). El valor de tensión que se adopta puede ser  $\sigma_a$ ,  $\sigma_{m\acute{a}x}$  o  $\sigma_{m\acute{i}n}$ . Los valores de tensión son generalmente los nominales ya que no hay ninguna corrección que considere la concentración de tensiones. La curva  $\sigma$ - $N$  se determina para un valor específico de  $\sigma_m$  o  $R$ .



**Figura 2-12.** Ejemplos de curvas  $\sigma$ - $N_f$  para materiales con límite de fatiga (acero 1045) y sin límite de fatiga (aleación de aluminio 2014-T6)

Los puntos de las curvas  $\sigma$ - $N$  involucran diferentes mecanismos de daño, los cuales dependen fundamentalmente del nivel de tensión aplicado. Así, por ejemplo, en las probetas ensayadas a relativamente altos niveles de amplitudes de tensión  $\Delta\sigma$  y con parte del ciclo por encima de la tensión de fluencia del material, la probeta estará sometida a un estado de deformación plástica cíclica generalizado. A niveles de tensión bajos, cerca del límite de fatiga y para tensiones máximas menores que la tensión de fluencia del material, la probeta estará sometida, en general, a campos de tensiones elásticas. Es evidente entonces que los mecanismos involucrados serán distintos, ya que en el primer caso habrá daño cíclico generalizado, mientras que en el segundo, el daño por fatiga será localizado en concentradores de tensión, defectos del material, etc. Es por esto que, para la región de Fatiga de Bajo Ciclo ó LCF ( $N_f < 10^4$  o  $10^5$  ciclos), los ensayos se realizan controlando ciclos de deformación elasto-plástica mientras, que en el caso de Fatiga de Alto Ciclo ó HCF ( $N_f > 10^5$  ciclos), se controlan ciclos de carga o tensión.

Por otro lado, el número de ciclos necesarios para iniciar una fisura de tamaño ingenieril (detectable por ensayos no destructivos,  $\sim 1$  mm) en una probeta pulida es

apreciablemente mayor que el número de ciclos necesarios para propagar dicha fisura hasta producir la falla de dicho componente, por lo que las curvas  $\sigma$ -N representan en gran medida la resistencia a la iniciación de fisuras.

La curva  $\sigma$ -N en la región de fatiga de alto ciclo se puede describir con la ecuación de Basquin

$$N_f * \sigma_a^p = C$$

donde  $p$  y  $C$  son constantes empíricas.

El procedimiento usual para determinar una curva  $\sigma$ -N es ensayar la primera probeta con altos niveles de tensión, donde se espera que la falla se produzca a bajo número de ciclos, por ejemplo, alrededor de 2/3 de la resistencia a la tracción del material. Luego, la tensión de ensayo se disminuye en cada ensayo posterior hasta que una o dos probetas no fallen en un determinado número de ciclos, que generalmente es por lo menos  $10^7$  ciclos. La tensión más alta para la cual se consigue el *run-out* (la probeta alcanza el criterio de vida infinita preestablecido) se considera el límite de fatiga.

La curva  $\sigma$ -N se determina generalmente con 8-12 probetas. Si bien es probable que exista gran dispersión en los resultados, generalmente se puede aproximar con una línea de tendencia sin mayor dificultad. Sin embargo, si se ensayan varias probetas con la misma carga, se encuentra que la dispersión en cuanto al número de ciclos a la falla es considerable, pudiendo llegar a ser de un orden de magnitud entre el mínimo y el máximo valor para una misma tensión.

En este sentido, varias técnicas estadísticas han sido desarrolladas y se han utilizado para especificar la vida a fatiga y el límite de fatiga en términos de probabilidades. Una manera adecuada de presentar los resultados tratados de esta manera, es con una serie de curvas de probabilidad constante, como las representadas en la Figura 2-13, donde el valor de  $P$  asociado con cada curva, representa la probabilidad de rotura (Curvas de Meanning,  $\sigma$ -N-P). En esta figura se puede apreciar que para  $\sigma_1$ , se espera que el 1% de las probetas ensayadas falle a  $N_1$ , que el 50% de las probetas falle a  $N_2$ , etc. En el gráfico se muestra que la dispersión en la vida a la fatiga disminuye con el aumento de la tensión, lo cual coincide con lo que pasa generalmente en la realidad. Las curvas  $\sigma$ -N reportadas en la bibliografía representan normalmente valores medios, a menos que se indique lo contrario.

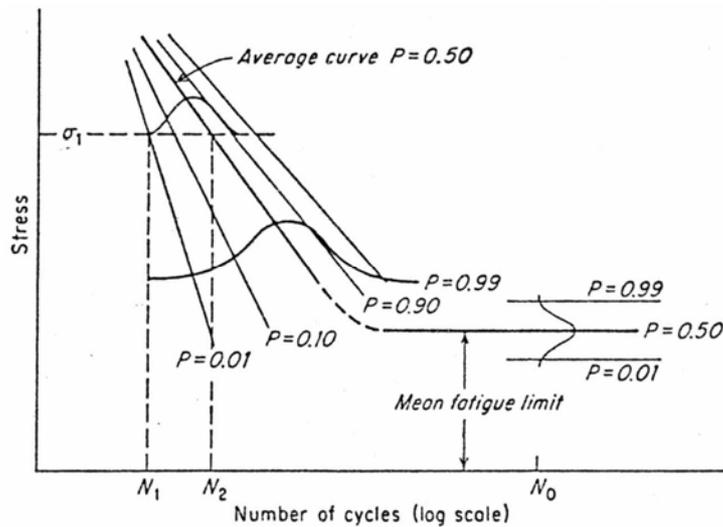


Figura 2-13. Curvas  $\sigma$ -N de probabilidad de rotura por fatiga

### Características del proceso de fatiga

Para estudiar el proceso de rotura por fatiga se puede dividir al mismo en tres etapas: iniciación de una fisura, propagación de la fisura y fractura final. En este sentido, la vida a la fatiga ( $N_F$ ) de cualquier componente, es la suma de la cantidad de ciclos necesarios para la nucleación de una fisura ( $N_I$ ) y la cantidad de ciclos necesarios para su propagación hasta la rotura final ( $N_p$ ):  $N_F = N_I + N_p$ . La última etapa se entiende que se produce instantáneamente con lo cual no tiene asociado un número de ciclos.

En la Figura 2-14, se presenta esquemáticamente los distintos pasos del proceso de rotura por fatiga.

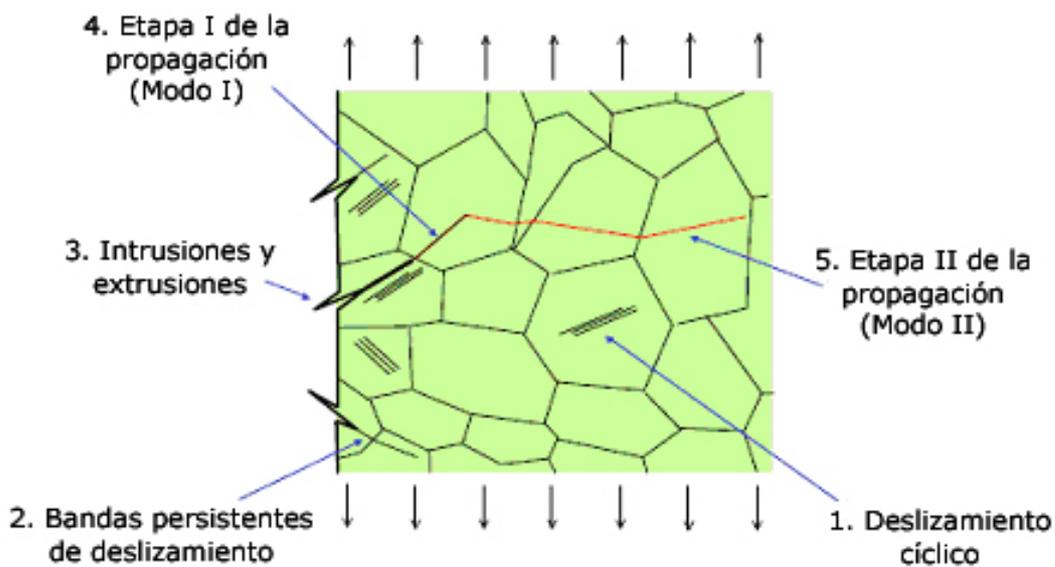


Figura 2-14. Etapas del proceso de rotura por fatiga. Iniciación: 1-Deslizamiento cíclico, 2-Bandas persistentes de deslizamiento, 3-Intrusiones y extrusiones. Propagación: 4- Etapa I de la propagación (por corte), 5-Etapa II de la propagación (por tracción)

La etapa de iniciación de una fisura incluye el desarrollo prematuro del daño por fatiga, a través del deslizamiento cíclico y la formación de bandas persistentes de deslizamiento en la superficie, con la consecuente generación de extrusiones e intrusiones. Estas bandas persistentes de deslizamiento están formadas por un conjunto de líneas de deslizamiento que aparecen en la superficie y tienden a ensancharse con el correr de los ciclos. Se llaman así, debido a que reaparecen en el mismo lugar luego de detener el ensayo, volver a pulir la superficie de la probeta y reiniciar el ensayo.

Por otro lado, la etapa de propagación se puede dividir a su vez, en dos etapas. La primera está asociada al crecimiento de una fisura a partir de las bandas de deslizamiento descriptas anteriormente, e incluye la propagación a través de planos sometidos a altas tensiones tangenciales. Se llama generalmente, ETAPA I DE LA PROPAGACIÓN. La segunda etapa, en cambio, se asocia al crecimiento de la fisura en planos de alta tensión normal e incluye la propagación de una fisura bien definida, en la dirección normal a la máxima tensión normal. Se la suele llamar, ETAPA II DE LA PROPAGACIÓN. En general, en fatiga de bajo ciclo la proporción del total de ciclos a la falla asociada con la propagación de fisuras de la etapa II, es mayor que en fatiga de alto ciclo (HCF), mientras que el crecimiento asociado con la etapa I, representa el segmento más importante del total de ciclos a la falla para bajas tensiones (HCF).

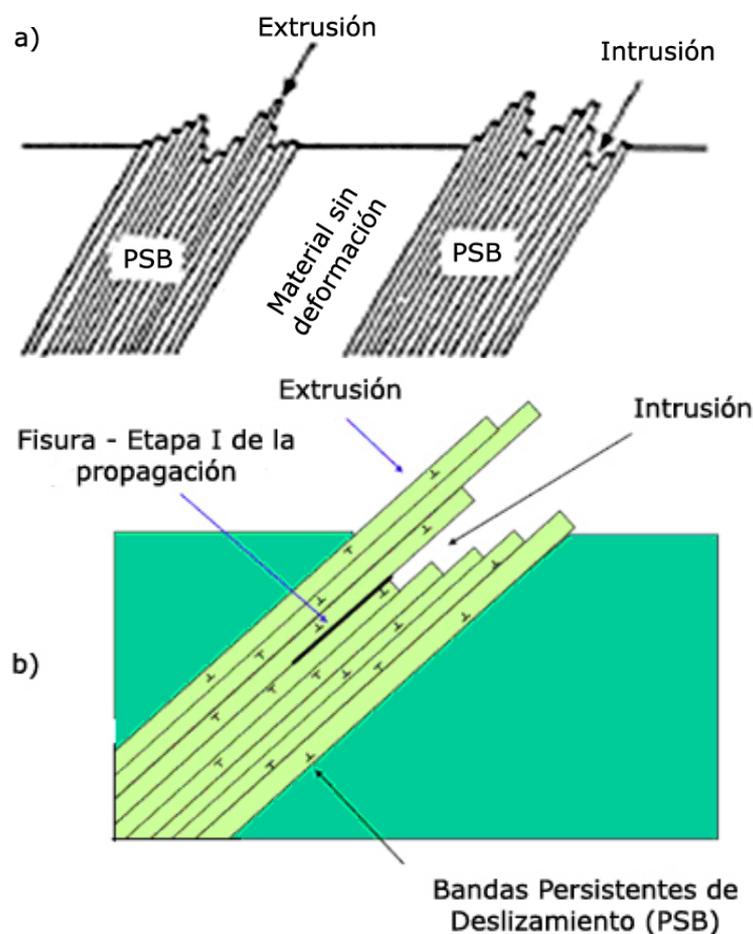
Finalmente, ocurre la fractura final cuando la fisura alcanza una longitud tal que la sección remanente no puede soportar la tensión aplicada. En otras palabras, la fractura queda definida por una combinación de la tensión, la longitud de fisura, la geometría y la tenacidad a la fractura del material.

### **Iniciación de una fisura por fatiga**

Cuando los niveles de tensiones son relativamente bajos (Fatiga de Alto Ciclo), tanto la iniciación como la propagación de fisuras por fatiga involucran una localización de deformaciones plásticas cíclicas y bandas de deslizamiento. En el caso de la propagación de una fisura el daño cíclico se concentra en el vértice de la misma, mientras que en el caso de iniciación de fisuras en un material libre de defectos, el daño se concentra en distintos lugares de la superficie cuyas configuraciones microestructurales permiten la localización de deformaciones plásticas. Si bien la iniciación de fisuras se produce a niveles de tensiones nominales inferiores a la tensión o deformación de fluencia, las tensiones o deformaciones locales en la zona de iniciación son mayores, producto de los fenómenos de localización superficial.

Debido a que la tensión nominal aplicada es menor que la tensión de fluencia, y a la existencia de procesos de concentración superficial de deformaciones (PSB), el proceso de deformación plástica queda limitado a un número determinado de granos del metal: aquellos cuyas orientaciones cristalográficas sean las adecuadas y sobre los que las

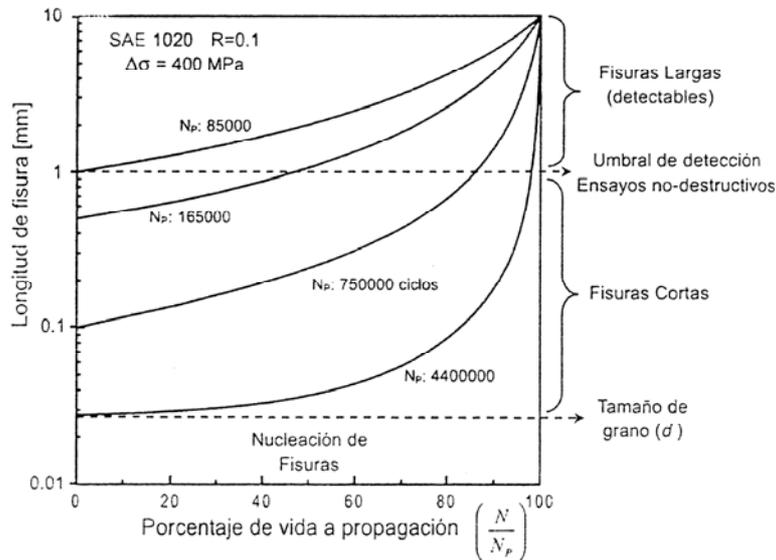
restricciones de los granos vecinos a la deformación plástica sea mínima. Cuanto mayor sea la tensión nominal aplicada, la cantidad de granos donde se produce deformación plástica aumentará. Cerca del límite de fatiga, la cantidad de granos con acumulación de daño suficiente para la iniciación de fisuras será mínima. De todos modos, el daño irá aumentando con el número de ciclos, y se presenta en general como bandas persistentes de deslizamiento inducidas por tensiones de corte. A partir de las PSB se generan intrusiones y extrusiones que actúan como concentradores de deformación, como muestra la Figura 2-15a. Finalmente, estas zonas con daño localizado darán lugar a microfisuras del tamaño de algunas decenas de micrones, comenzando así la etapa I de la propagación de fisuras por fatiga (Figura 2-15b).



**Figura 2-15.** Nucleación de fisuras por fatiga. a) Bandas persistentes de deslizamiento (PSB), b) nucleación de una fisura a partir de extrusiones e intrusiones generadas en una PSB

Por otro lado, la presencia de defectos que actúen o puedan ser considerados como fisuras, reduce considerablemente la etapa de iniciación, y por lo tanto, la vida total queda casi exclusivamente definida por la etapa de propagación. Por esta razón, es importante considerar la definición de la longitud de fisura que define la etapa de iniciación. La Figura 2-16 muestra esquemáticamente curvas de crecimiento (Longitud de fisura vs. Porcentaje

de vida a propagación consumida), de fisuras que crecen a partir de diferentes longitudes iniciales. En estas condiciones es evidente que a medida que aumentamos la longitud de fisura inicial, la vida a propagación por fatiga,  $N_p$ , disminuye.



**Figura 2-16.** Curvas de crecimiento de fisuras a partir de diferentes longitudes iniciales

### Efecto de la superficie en la iniciación

Prácticamente todas las fallas por fatiga se inician en la superficie. Para muchas condiciones de carga típicas, como flexión o torsión, las máximas tensiones se dan en la superficie, por lo tanto es lógico que la falla empiece allí. Sin embargo, en la mayoría de los casos, para cargas axiales la falla por fatiga también se origina en la superficie. Por esto se entiende que las propiedades de fatiga son muy sensibles a la condición superficial. Los factores superficiales que afectan principalmente la iniciación de fisuras por fatiga pueden estar divididos básicamente en tres categorías:

- i. rugosidad superficial o concentradores de tensión en la superficie,
- ii. cambios en la condición de las tensiones residuales en la superficie,
- iii. cambios en las propiedades de la superficie.

Además, la superficie puede oxidarse y corroerse, lo que enfatiza la preponderancia de la condición superficial sobre los efectos en las propiedades de fatiga.

### Rugosidad de la superficie

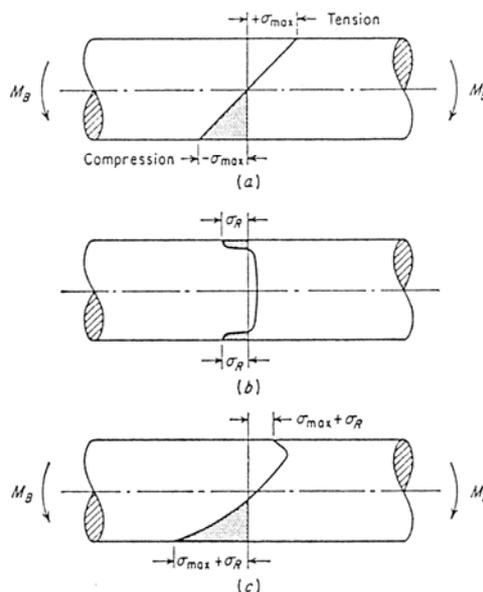
Es ampliamente conocido que las propiedades de fatiga son sensibles a la terminación superficial. Cuanto mejor es el acabado superficial, mayor es el número de ciclos necesarios para iniciar una fisura. En este sentido se entiende que la rugosidad superficial es una

medida de la potencial existencia de concentradores de tensión en la superficie. A mayor rugosidad, mayor es la probabilidad que exista un concentrador de tensión en condiciones favorables para que, a partir de allí, se produzca la nucleación de una fisura por fatiga.

#### Tensiones residuales de la superficie

La formación de un patrón favorable de tensiones residuales compresivas en la superficie, es probablemente, el método más efectivo para mejorar las propiedades de fatiga. En general, para una situación donde parte de la sección es deformada plásticamente mientras el resto sufre deformación elástica, la región que fue deformada plásticamente en tensión tendrá tensiones residuales de compresión después de ser descargada. Por otro lado, la región que fue deformada plásticamente en compresión tendrá tensiones residuales de tracción cuando se retire la fuerza externa.

En la Figura 2-17 se muestra una distribución típica de tensiones residuales producidas por granallado. Cabe destacar que las tensiones residuales de compresión en la superficie deben ser balanceadas por tensiones residuales de tracción en el interior de la sección transversal. En esta misma figura también se muestra la distribución final, producto de la suma algebraica de la tensión producida por la flexión externa y la tensión residual interna. Finalmente, la máxima tensión de tracción se desplazó hacia un punto en el interior de la muestra. La magnitud de esta tensión depende del gradiente de la tensión aplicada y de la distribución de las tensiones residuales. Con estas condiciones es probable que la iniciación de la falla se produzca en la subsuperficie.



**Figura 2-17.** Superposición de las tensiones residuales y la tensión aplicada

Los métodos más comunes usados comercialmente para introducir tensiones residuales de compresión en la superficie son el laminado y el granallado. Aunque durante estos procesos se producen algunos cambios en la resistencia del material debido al endurecimiento por deformación, las mejoras en las propiedades de fatiga son debidas, principalmente, a la generación de tensiones residuales de compresión en la superficie. Es importante tener en cuenta que las mejoras en las propiedades de fatiga no se consiguen automáticamente con la aplicación de estos tratamientos. Es posible dañar la superficie por exceso de granallado o laminado. Se requiere de experiencia y ensayos para establecer las condiciones apropiadas que produzcan la distribución óptima de tensiones residuales.

Por otro lado, las tensiones residuales compresivas mejoran la resistencia a la fatiga bajo condiciones que involucren tensiones de flexión o torsión. Cuando la tensión es de tracción pura (aunque es poco frecuente en aplicaciones ingenieriles de la vida real), la resistencia a la fatiga puede ser reducida por la existencia de la región de tensión de tracción justo por debajo de la superficie. En cargas axiales, la tensión está uniformemente distribuida a través de la sección y la presencia de la tensión residual de tracción aumenta el valor nominal, y en consecuencia, es probable que la falla ocurra por la nucleación de fisuras en la subsuperficie.

Finalmente, la utilización de tensiones residuales puede reducir o eliminar el efecto adverso de los concentradores de tensión ya que modifican la intensidad y distribución total de tensiones.

#### *Cambios en las propiedades de la superficie*

Dado que la falla por fatiga es dependiente de la condición de la superficie, cualquier cosa que cambie la resistencia a la fatiga del material de la superficie mejorará las propiedades de fatiga. Se pueden lograr importantes mejoras en las propiedades de fatiga con la formación de superficies más duras y resistentes a través, por ejemplo, de la nitruración. En este sentido, las propiedades de fatiga se relacionan a menudo, con las propiedades en tracción. Sin embargo, el aumento de la tensión de fluencia por algún mecanismo de endurecimiento no implica necesariamente que el límite de fatiga aumente en forma proporcional. En este punto, se destaca que existen materiales de alta resistencia con malas propiedades de fatiga.

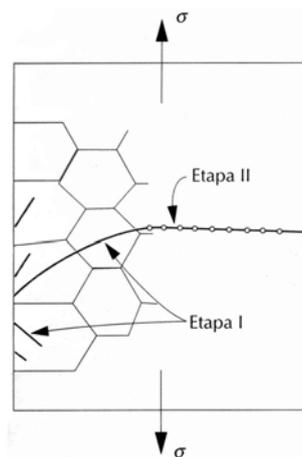
En muchos casos, los mecanismos utilizados para endurecer la superficie introducen tensiones residuales de compresión, y por lo tanto, no se puede considerar que la mejora de las propiedades de fatiga se deba exclusivamente a la formación de una capa de material más resistente en la superficie. Sin embargo, a medida que aumenta la ductilidad del material, el efecto del endurecimiento por deformación plástica es más importante.

Por último, la eficiencia de esta capa más resistente en la mejora del desempeño a la fatiga, es mayor cuando el componente está sometido a un elevado gradiente de tensión como son los casos de la flexión o la torsión.

### Propagación de una fisura por fatiga

Como se explicó anteriormente, durante la etapa de iniciación se nuclea una fisura a partir de las extrusiones e intrusiones producidas por las PSB. En este punto comienza la propagación de la fisura que llevará a la falla del componente.

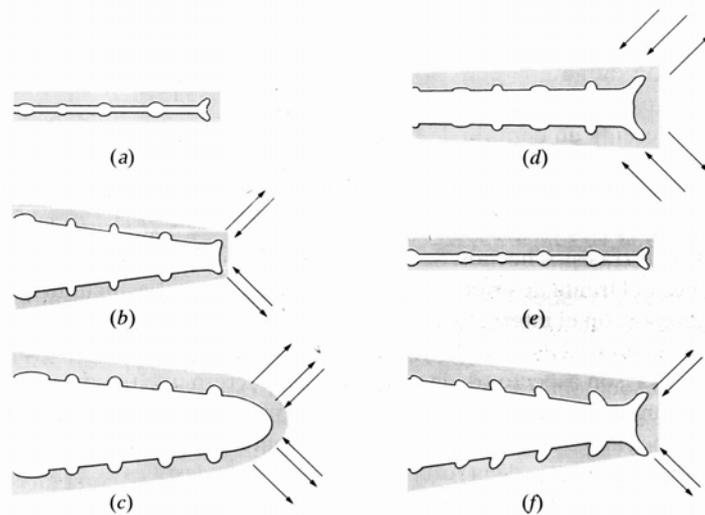
La etapa I de la propagación, se produce a lo largo de planos cristalográficos de tensiones tangenciales elevadas. En los metales policristalinos, las fisuras normalmente se extienden únicamente a través de algunos granos durante esta etapa, como se puede observar en la Figura 2-18. La superficie de fatiga que se forma en la etapa I de propagación tiene generalmente aspecto plano y sin ningún detalle importante.



**Figura 2-18.** Representación esquemática mostrando las etapas I y II de propagación de la fisura en metales policristalinos

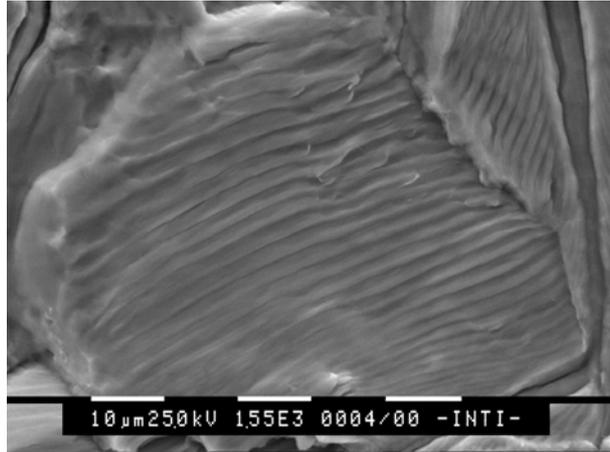
Luego de esta etapa, empieza la etapa II de la propagación, en la cual, la velocidad de propagación de la fisura aumenta considerablemente. Además, en este punto, también ocurre un cambio en la dirección de propagación hasta alcanzar una dirección perpendicular a la tensión aplicada (Figura 2-18). Durante esta etapa de propagación, el crecimiento de la fisura tiene lugar mediante un proceso repetitivo de redondeo y aguzamiento del vértice de la fisura, como se ilustra en la Figura 2-19. En el comienzo del ciclo de carga, el vértice de la fisura es agudo (Figura 2-19a). A medida que aumenta la carga en tracción, la deformación se localiza a lo largo de planos de deslizamiento que están orientados a  $45^\circ$  con respecto al plano de la fisura. Al mismo tiempo que aumenta la separación de las superficies de la fisura, la misma experimenta un incremento de longitud producto del redondeo de su vértice (Figura 2-19c). El redondeo aumentará hasta que la tensión

aplicada llegue a la tensión máxima definida por el ciclo de carga,  $\sigma_{\max}$ . Durante la etapa de compresión del ciclo de carga se genera el cierre de la fisura (Figura 2-19d y 2-19e), proceso durante el cual, se generan deformaciones no-lineales que dan como resultado un incremento efectivo de la longitud de fisura algo menor que el correspondiente a la Figura 2-19c. De esta manera la punta de la fisura avanzó una pequeña distancia durante el transcurso de un ciclo completo. Este proceso se repite en cada ciclo subsiguiente hasta que eventualmente se alcanza la longitud crítica de la fisura, lo cual induce la etapa final de rotura en forma catastrófica.



**Figura 2-19.** Mecanismo de propagación de una fisura (etapa II) por redondeo del vértice de la misma. a) carga cero, b) carga de tracción pequeña, c) carga máxima de tracción y redondeo del vértice de la fisura, d) carga de compresión pequeña, e) carga máxima de compresión, incremento efectivo de la longitud de fisura, f) carga de tracción pequeña, inicio de nuevo ciclo de carga. El eje de tracción es vertical

En aquellos metales donde el proceso de propagación de fisura es dúctil, como el explicado anteriormente, cada ciclo de carga genera un incremento de fisura  $\Delta a$ , y en muchos de ellos, las superficies de fisuras generadas presentan marcas denominadas estriaciones (Figura 2-20). Cada marca corresponde en general a un ciclo de carga, por lo que la distancia entre dos ciclos consecutivos representa el incremento de fisura,  $\Delta a$ , generado por un ciclo, y por lo tanto, la velocidad de propagación.



**Figura 2-20.** Estrías características de la etapa II de propagación de fisuras por fatiga

### Velocidad de propagación

Los resultados de los estudios de fatiga han mostrado que la vida de un componente estructural puede relacionarse con la velocidad de crecimiento de la fisura. En este punto es importante remarcar que:

- inicialmente, la velocidad de crecimiento es pequeña, pero aumenta al aumentar la longitud de la fisura,
- el crecimiento de la fisura es mayor al aumentar la tensión aplicada para una determinada longitud de la fisura.

La velocidad de propagación de la fisura es una función, no sólo del nivel de tensión y tamaño de la misma, sino también, de las variables del material. Matemáticamente, esta velocidad puede expresarse en términos del factor de intensidad de tensiones,  $K$ , y toma la forma,

$$\frac{da}{dN} = A * (\Delta K)^m$$

conocida como Ley de Paris, donde los parámetros  $A$  y  $m$  son constantes para un determinado material, y dependen también del medio, la frecuencia y el cociente de tensiones. El valor  $m$  normalmente está comprendido entre 1 y 6.

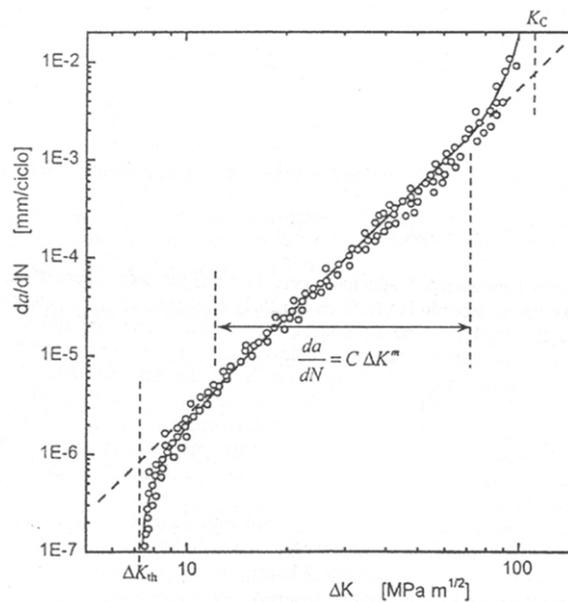
Además,  $\Delta K$  es el intervalo del factor de intensidad de tensiones en la punta de la fisura, o sea,

$$\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$$

o bien,

$$\Delta K = Y * \Delta\sigma * \sqrt{\pi * a}$$

La relación entre  $da/dN$  y  $\Delta K$  se presenta en general en una gráfica doble logarítmica como la que se muestra en la Figura 2-21. De esta manera, la Ley de Paris, describe una recta. La Figura 2-21 muestra la existencia de un umbral de propagación,  $\Delta K_{th}$ , por debajo del cual una fisura no propagaría por fatiga, y un límite superior,  $\Delta K_C$ , al cual se produce la fractura o inestabilidad del componente analizado, y que está relacionado con el valor de tenacidad a la fractura estática del material considerado. Se obtiene entonces una curva sigmoideal con tres regiones bien características, donde la zona lineal intermedia, conocida como región II, puede ser analizada con la Ley de Paris.



**Figura 2-21.** Representación esquemática del logaritmo de la velocidad de propagación de la fisura  $da/dN$  en función del logaritmo del intervalo del factor de intensidad de tensiones  $\Delta K$

### **Titanio** [35,36,39,40]

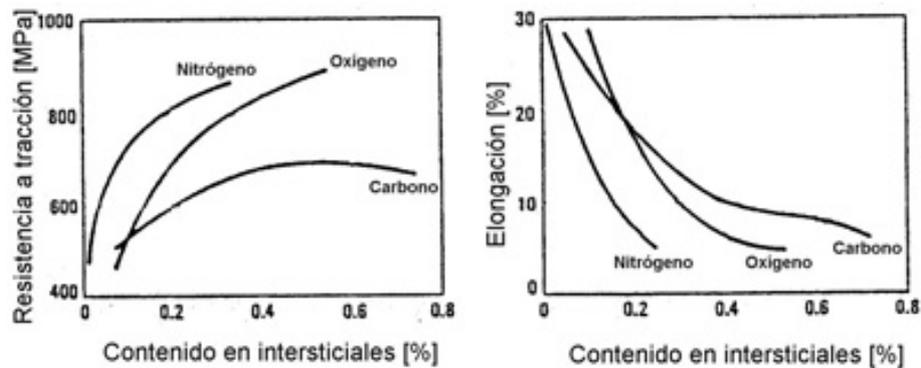
La elevada reactividad del titanio dificulta la obtención del metal puro, por lo que, en aplicaciones comerciales, se trabaja con titanio denominado comercialmente puro (c.p.), con diferentes niveles de impurezas presentes en su composición. Las normativas ISO (International Standardization Organization) y ASTM (American Society for Testing and Materials) clasifican el titanio comercialmente puro en cuatro grados, definidos por la concentración presente de otros elementos, como se muestra en la Tabla 2-I.

**Tabla 2-I.** Clasificación del titanio según la norma ASTM F67 [41]

Titanio comercialmente puro	Composición (% peso)					
	N	C	O	Fe	H	Ti
Grado 1	0,03	0,10	0,18	0,20	0,0125	bal.
Grado 2	0,03	0,10	0,25	0,30	0,0125	bal.
Grado 3	0,05	0,10	0,35	0,30	0,0125	bal.
Grado 4	0,05	0,10	0,40	0,50	0,0125	bal.

La película de óxido que se forma espontáneamente es muy delgada (2-5 nanómetros) pero sumamente impermeable, la cual constituye una capa inerte que protege al metal de la corrosión en diversos medios severos. Los óxidos pueden tener diferentes estequiometrías ( $TiO$ ,  $TiO_2$ ,  $Ti_7O_{12}$ , etc.), que poseen a su vez diferentes características.

Las propiedades mecánicas del titanio dependen de su grado de pureza, como se observa en la Figura 2-22. En la Tabla 2-II se muestran valores de algunas de las propiedades mecánicas para los distintos grados comerciales.



**Figura 2-22.** Variación de las propiedades mecánicas del titanio con la concentración de impurezas

**Tabla 2-II.** Propiedades mecánicas de los grados de titanio comercialmente puro [41]

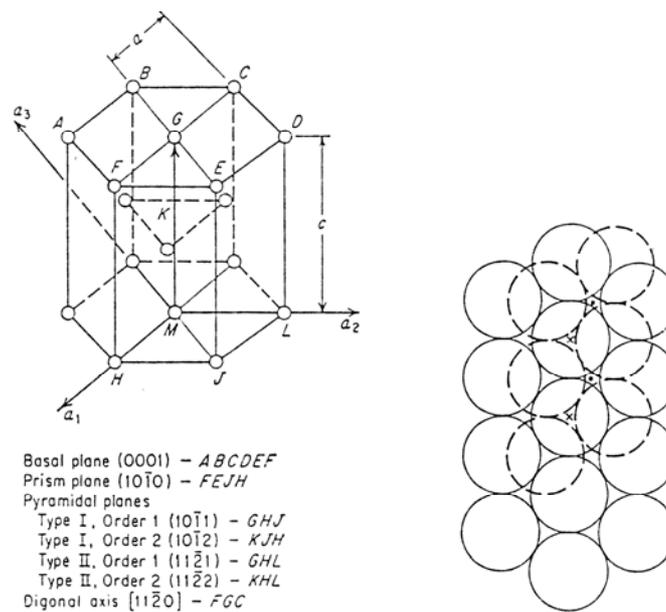
Grado	$\sigma_{UTS, \min}$ [MPa]	$\sigma_{0,2, \min}$ [MPa]	$e, \min$ [%]	$A, \min$ [%]
1	240	170	24	30
2	345	275	20	30
3	450	380	18	30
4	550	483	15	25

### Estructura cristalina

El titanio es un elemento alotrópico que a temperatura ambiente presenta una estructura hexagonal compacta denominada fase alfa ( $\alpha$ ), y a 883 °C (beta transus), esta estructura

se transforma en cúbica centrada en el cuerpo y es conocida como fase beta ( $\beta$ ). El titanio comercialmente puro presenta por lo tanto, una estructura hexagonal compacta.

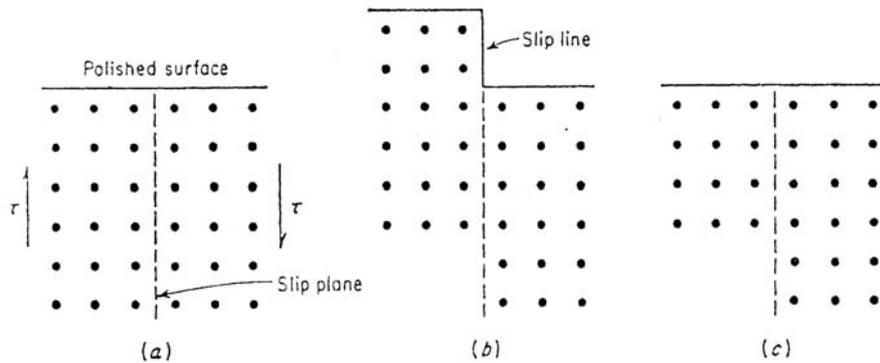
A fin de especificar los planos y las direcciones en esta estructura, es conveniente utilizar el sistema de Miller-Bravais con cuatro índices del tipo  $(hkil)$ . Estos índices están basados en cuatro ejes, los tres ejes  $a_1, a_2, a_3$  se encuentran separados  $120^\circ$  en el plano basal y el eje vertical  $c$  es normal al plano basal. Estos ejes y los planos típicos de la estructura hcp se muestran en la Figura 2-23. El tercer índice está relacionado con el primero y el segundo a través de la relación  $i = -(h+k)$ .



**Figura 2-23.** Estructura cristalina hexagonal compacta

### Deformación por deslizamiento en metales hcp

El mecanismo usual de deformación plástica en metales se produce por el deslizamiento de bloques de la estructura cristalina a lo largo de planos cristalográficos definidos, llamados *planos de deslizamiento*. En la Figura 2-24 se muestra un esquema típico de este mecanismo. En ella se puede observar la formación de una *línea de deslizamiento* sobre la superficie pulida de una muestra, a partir de una tensión de corte sobre el plano de deslizamiento. El deslizamiento ocurre cuando la tensión de corte supera un valor crítico y los átomos se mueven un número entero de distancias atómicas a lo largo del plano de deslizamiento.



**Figura 2-24.** Deformación por deslizamiento, esquema clásico

El hecho que un monocristal deba permanecer como tal luego de una deformación plástica homogénea, impone limitaciones en la forma en que debe producirse la deformación plástica. El deslizamiento se realiza con mayor facilidad en direcciones específicas y sobre determinados planos cristalográficos. Generalmente, el plano de deslizamiento es el plano de mayor densidad atómica y, la dirección de deslizamiento, es la dirección de mayor empaquetamiento dentro del plano de deslizamiento. Debido a que los planos con mayor densidad atómica son a la vez, los planos más separados de la estructura cristalina, la resistencia al deslizamiento es generalmente inferior en estos planos. El plano de deslizamiento junto con la dirección de deslizamiento conforman un *sistema de deslizamiento*.

En metales hcp, el único plano con alta densidad atómica es el plano basal (0001). Los ejes  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  son las direcciones con mayor empaquetamiento. Debido a que existe un único plano basal por celda unitaria y tres direcciones  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , la estructura hcp posee tres sistemas de deslizamiento. El número limitado de sistemas de deslizamiento es la razón por la cual, los cristales hcp presentan baja ductilidad y anisotropía.

### Deformación por maclado en metales hcp

Además del deslizamiento, la deformación plástica en algunos materiales metálicos puede ocurrir por formación de maclas. El maclado tiene lugar cuando una porción del cristal toma una orientación respecto de la estructura original de manera tal que, en un lado de un plano (plano de maclado), los átomos están situados como si fueran las imágenes especulares de las posiciones de los átomos del otro lado (Figura 2-25).

Las maclas se pueden producir por deformación mecánica o por el resultado del recocido seguido de deformación plástica. Las primeras se conocen como *maclas mecánicas*, y las segundas como *maclas de recocido*. Las maclas mecánicas se producen en metales bcc y hcp en condiciones de alta velocidad de carga (carga de impacto), y a bajas temperaturas. Las maclas de recocido son comunes en metales fcc.

El maclado se produce en una dirección definida y en un plano cristalográfico específico para cada estructura cristalina. Para la estructura hcp, el plano de macla es el (10-12) mientras que la dirección de macla es  $[-1011]$ . Si bien se desconoce si existe o no una tensión de corte resuelta crítica para el maclado, se sabe que éste ocurre cuando los sistemas de deslizamiento se ven restringidos o cuando de alguna manera, aumenta la tensión de corte resuelta crítica de forma tal, que la tensión de maclado es menor a la tensión para el deslizamiento. Esto explica la formación de maclas en metales hcp en direcciones desfavorables para el deslizamiento basal.

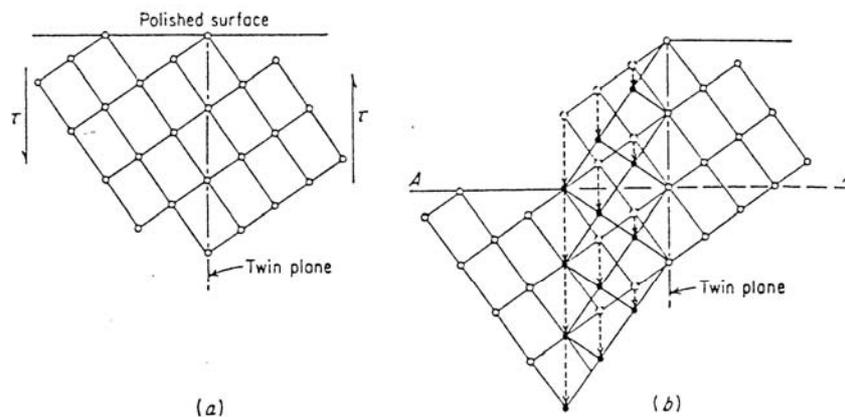


Figura 2-25. Deformación por maclado, esquema clásico

Las deformaciones de la red necesarias para producir una macla en un cristal, son pequeñas, por lo tanto, la cantidad de deformación macroscópica que se puede producir por maclado es escasa. El rol importante que juega el maclado en la deformación plástica, está dado, no por la deformación producida durante este proceso, sino por el hecho que los cambios de orientación que produce, pueden ubicar nuevos sistemas de deslizamiento en una orientación favorable con respecto a la tensión aplicada, permitiendo que tenga lugar la deformación por deslizamiento. Por lo tanto, el maclado es importante en la deformación macroscópica de metales con pocos sistemas de deslizamiento como los metales hcp. Sin embargo, sólo una pequeña fracción del volumen total del cristal se reorienta por maclado y es por esto que los metales hcp tienen en general, menos ductilidad que los metales con gran cantidad de sistemas de deslizamiento.

### Mecanismo de fractura en tracción del titanio c.p.

Según los estudios realizados por Zhang Jieping et al. [42], la deformación del titanio puro policristalino sometido a tracción, depende fuertemente de la orientación de los granos. Se ha observado que durante este proceso, debido al endurecimiento por deformación plástica, el deslizamiento se torna dificultoso favoreciendo la deformación por maclado. Este maclado, en consecuencia, provoca el trabado de las líneas de deslizamiento el cual

demostró ser estable ante un incremento de deformación. En este sentido, la fractura de una probeta de tracción ocurriría de la siguiente manera: la deformación inhomogénea en un borde de grano asociado con un grano altamente deformable y otro con una orientación desfavorable, forman una entalla que actúa como un concentrador de tensión. La intersección de líneas de deslizamiento en el entorno de esta entalla, a su vez, produce microhuecos. Por lo tanto, la incompatibilidad de deformación en el borde de grano aumenta aun más la tensión local, lo suficiente como para superar la resistencia a la fractura del borde de grano y así conducir a la nucleación de una fisura. Finalmente, al mecanismo de crecimiento de la macrofisura resultante seguiría el modelo del deslizamiento localizado (Figura 2-26) [42].

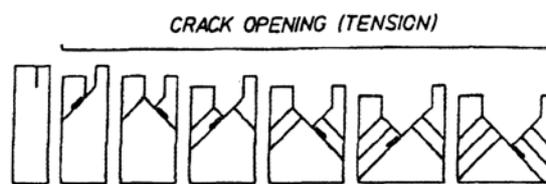


Figura 2-26. Modelo de deslizamiento localizado para la propagación de una fisura en tensión [42]

### Microestructura

La microestructura del titanio comercialmente puro depende del trabajado en frío y del proceso de recocido realizado. En la Figura 2-27 se muestran tres de las microestructuras que se pueden obtener [43]. La Figura 2-27a muestra una microestructura equiaxial, que se obtiene con trabajado en frío y recocido a temperaturas inferiores a beta transus. La microestructura martensítica mostrada en la Figura 2-27b se consigue luego de un enfriamiento rápido desde temperaturas superiores a beta transus. El endurecimiento producido es menor al originado por la formación de martensita en el caso de los aceros. La tercera microestructura, mostrada en la Figura 2-27c es originada por un enfriamiento lento desde la temperatura beta transus, donde se observan placas de Widmanstätten.

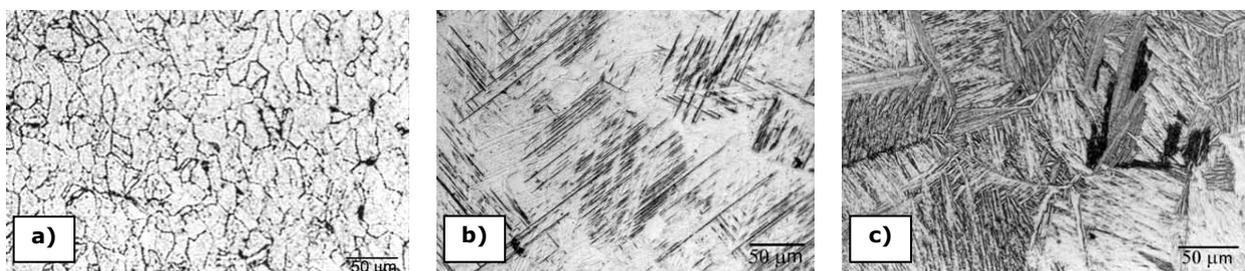


Figura 2-27. Titanio c.p. (a) microestructura equiaxial (b) microestructura martensítica (c) microestructura de Widmanstätten

## Propiedades de fractura y fatiga del titanio

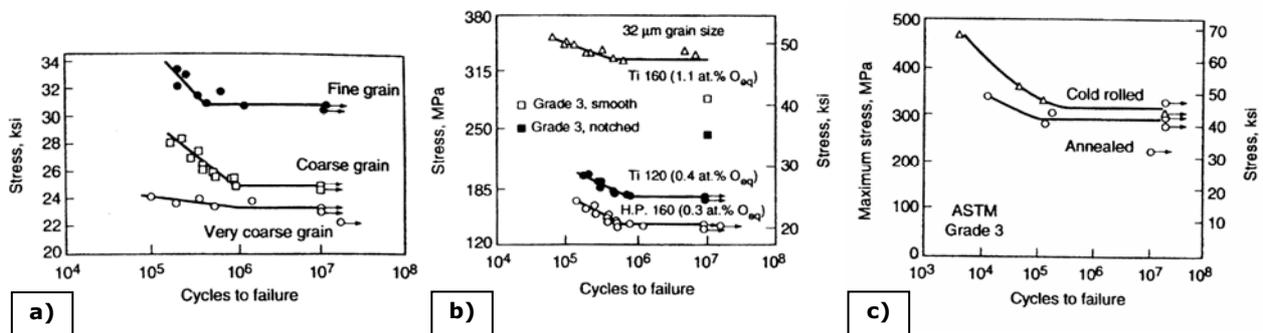
El titanio y sus aleaciones son utilizadas por dos razones principales: eficiencia estructural, debido a su alta resistencia y baja densidad, y la resistencia a la corrosión, producto de la pasivación que le confiere su óxido superficial.

En el caso del titanio, casi siempre, la iniciación de fisuras es inducida mecánicamente, sólo en ocasiones especiales la fisura se inicia por una combinación del ambiente y las tensiones estáticas.

Investigaciones acerca del comportamiento a la fatiga de titanio puro monocristalino, bicristalino y policristalino indican que la iniciación de fisuras por fatiga está relacionada con las bandas de deslizamiento, los bordes de grano y las maclas [44]. Puntualmente se sabe que las maclas mecánicas representan un mecanismo importante de deformación en ensayos de fatiga realizados en aire, y se detectó que sus bordes representan sitios preferenciales para la falla por fatiga en titanio recocido [44,45].

### Vida a la fatiga

La vida a la fatiga del titanio no aleado depende del tamaño de grano, los componentes intersticiales y el grado de trabajado en frío, como se muestra en la Figura 2-28.



**Figura 2-28.** Curvas  $\sigma$ -N ( $R=-1$ ) para titanio no aleado. a) Efecto del tamaño de grano, b) efecto del contenido de oxígeno, c) efecto del trabajado en frío

En la Figura 2-28a se observa que a medida que disminuye el tamaño de grano, aumenta el límite de fatiga. A su vez, el efecto del contenido de oxígeno se corresponde con el aumento de la tensión de fluencia (Figura 2-28b). Finalmente, el trabajado en frío también aumenta la tensión de fluencia y, en consecuencia, mejora el comportamiento a la fatiga (Figura 2-28c). Si bien el límite a la fatiga del titanio no aleado depende del contenido de intersticiales, a temperatura ambiente, el cociente entre el límite de fatiga y la tensión de fluencia se mantiene relativamente constante.

En contraposición a lo que ocurre con las aleaciones de aluminio, las aleaciones de titanio generalmente no contienen defectos (inclusiones, poros). Sin embargo, el comportamiento a la fatiga del titanio es muy sensible a la preparación superficial.

### *Efecto de los tratamientos de superficie*

Los tratamientos mecánicos de superficie que se pueden usar para mejorar la vida a la fatiga del titanio y sus aleaciones, son el granallado, el pulido o el laminado. En la mayoría de los casos estos tratamientos modifican tres propiedades:

- i. la rugosidad superficial,
- ii. el grado de trabajado en frío o densidad de dislocaciones, y
- iii. las tensiones residuales.

Debe tenerse en cuenta que, los cambios inducidos mecánicamente por estos tratamientos de superficie no son necesariamente estables. En particular:

- las tensiones residuales pueden ser reducidas o eliminadas por un tratamiento de alivio de tensiones,
- el grado de trabajado en frío (densidad de dislocaciones) puede ser eliminado por recristalización, y
- la rugosidad superficial puede ser reducida por un tratamiento de superficie adicional (pulido).

Además, los efectos de las tensiones residuales compresivas podrían perderse por deformación plástica cíclica durante el servicio. Estos factores deben ser considerados para el diseño de tratamientos de superficie apropiados para la aplicación del componente.

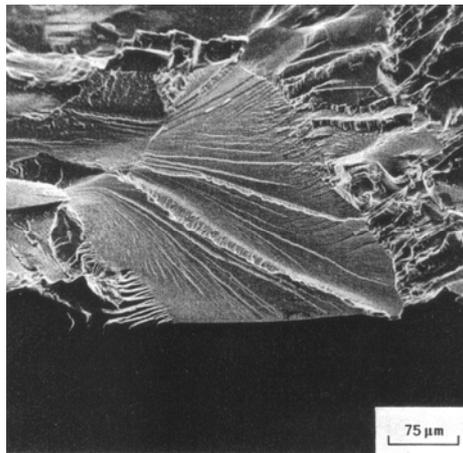
### *Propagación de fisuras en fatiga de alto ciclo [46,47]*

En primer lugar, debe tenerse en cuenta que el  $\Delta K$  no es estrictamente válido para aleaciones de titanio con una fracción en volumen de fase  $\alpha$  importante debido a que la fase  $\alpha$  es anisotrópica y la definición de  $K$  asume un comportamiento elástico isotrópico. Sin embargo, el uso de  $K$  es ampliamente difundido para describir el crecimiento de fisuras de aleaciones de titanio.

Para el titanio c.p. existen por lo menos tres tipos distintos de mecanismos de fractura transgranular en fatiga de alto ciclo. Estos son: un mecanismo de facetas de clivaje, un mecanismo dúplex de formación de estrías por deslizamiento, y un complejo mecanismo de formación de surcos que involucra corte en sistemas secundarios de deslizamiento.

### *Facetas de clivaje*

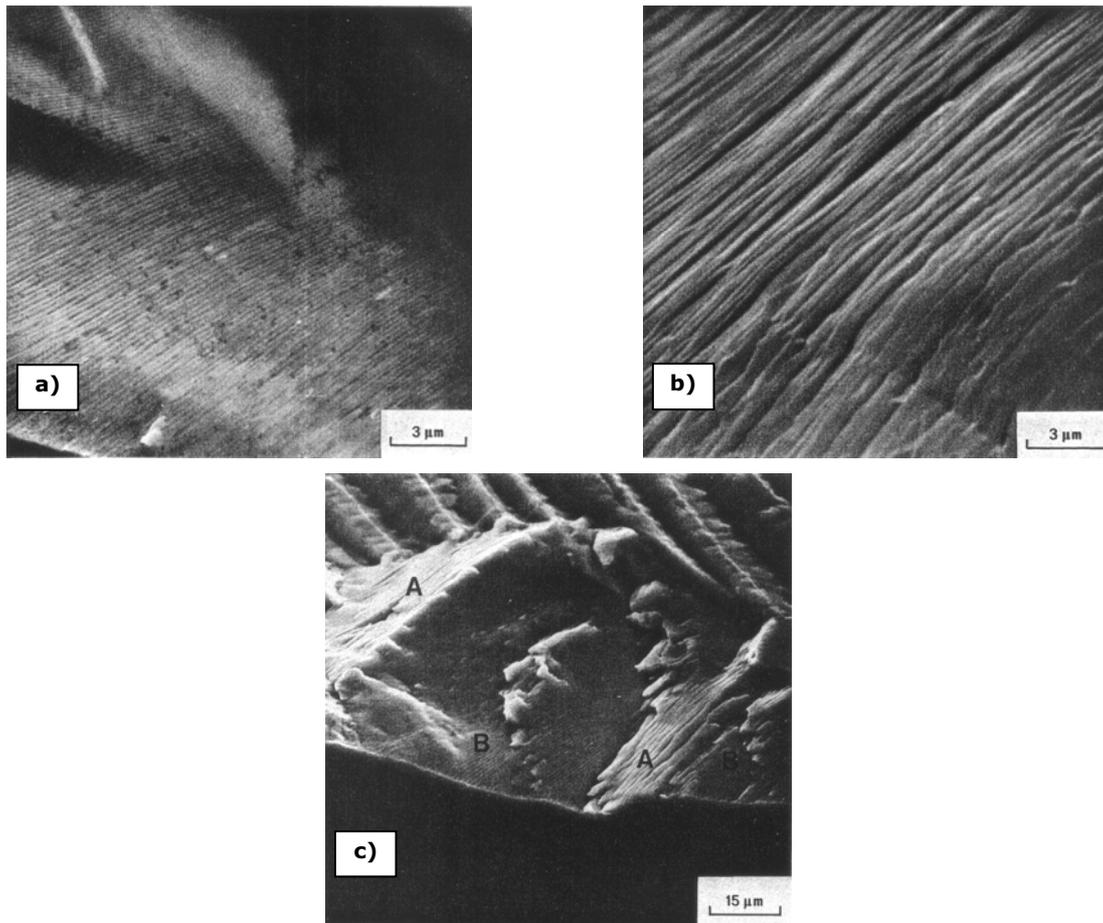
En la Figura 2-29 se muestra una imagen de estas facetas. En las mismas generalmente, es posible distinguir un punto de inicio y líneas de río orientadas paralelas a la dirección de crecimiento de la fisura. Asimismo, pueden ser curvas o con escalones que la atraviesan de un lado a otro. Los granos que fallan de esta manera muestran escasa evidencia (líneas de deslizamiento) de deformación plástica.



**Figura 2-29.** Imagen SEM de una faceta de clivaje típica en titanio c.p.

### *Estriaciones*

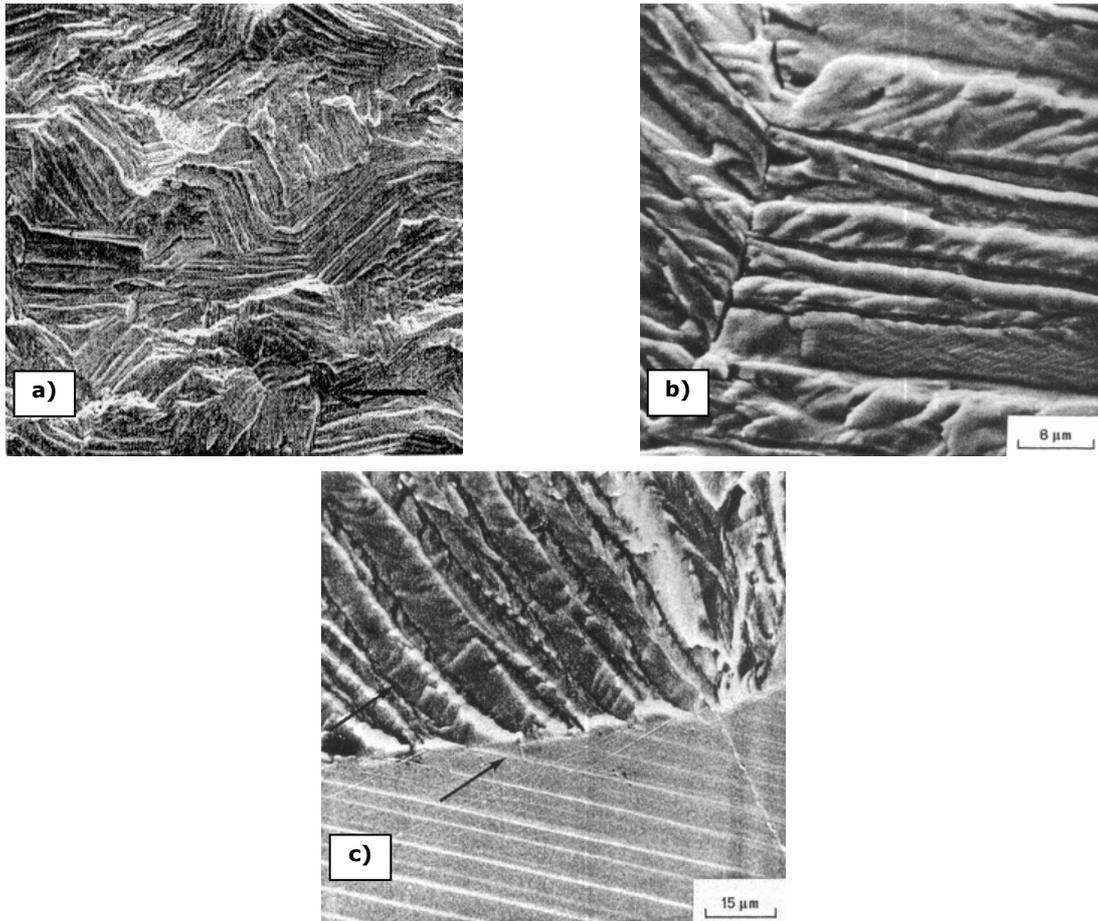
Este mecanismo de fractura tiene lugar sobre superficies planas sin características destacables, y consiste en líneas finas (estriaciones) aproximadamente normales a la dirección de crecimiento de fisura. Estas estriaciones pueden tener alguna de las siguientes formas: ondulaciones regulares con la apariencia típica de las estrías dúctiles (Figura 2-30a) o ser estrías irregulares denominadas "fissures" (Figura 2-30b). Ambos tipos de estriaciones se pueden encontrar en un mismo grano. En la Figura 2-30c, se puede ver el cambio en el plano de fractura entre ambas regiones, y el hecho que el espaciado entre las "fissures" es mayor que el que existe entre las estrías.



**Figura 2-30.** Imágenes SEM de estrías características del titanio c.p. a) Estrías dúctiles clásicas, b) estrías irregulares, c) estrías irregulares (A) y estrías regulares (B) en un mismo grano

### *Surcos*

En la Figura 2-31 se muestran imágenes de superficies de fractura que evidencian el mecanismo de formación de surcos característico del titanio c.p. Este tipo de morfología se caracteriza por ranuras regulares separadas por una distancia entre 5 y 10 μm y paralelas a la dirección de crecimiento. Cada surco está asociado con una estría irregular de aproximadamente 1 μm de ancho y de profundidad. Estas estrías forman un ángulo de aproximadamente 30° con su respectivo surco. En la Figura 2-31c se detalla la intersección de estas estrías irregulares con líneas de deslizamiento en la superficie pulida de la probeta.



**Figura 2-31.** Imágenes SEM de surcos característicos del titanio c.p., a) su orientación coincide con la dirección de propagación 240x, b) detalle de un surco, c) una fractura tipo surco interceptando la superficie pulida de la probeta. Se indica con flechas la línea de deslizamiento y la estría irregular asociada

Por otro lado, el camino de fractura y la topografía son fuertemente influenciados por las orientaciones de los granos a través de los cuales pasa el frente de fisura. Este efecto se denomina GOC (Grain-Orientation Control). Para regiones con bajos valores de  $\Delta K$ , se ha reportado que el mecanismo predominante es el de facetas tipo clivaje, mientras que para zonas con altos valores de  $\Delta K$  la formación de surcos es el mecanismo más importante.

## CAPÍTULO 3

M  
A  
T  
E  
R  
I  
A  
L  
E  
S  
  
Y  
  
M  
É  
T  
O  
D  
O  
S

## MATERIALES Y MÉTODOS - 3

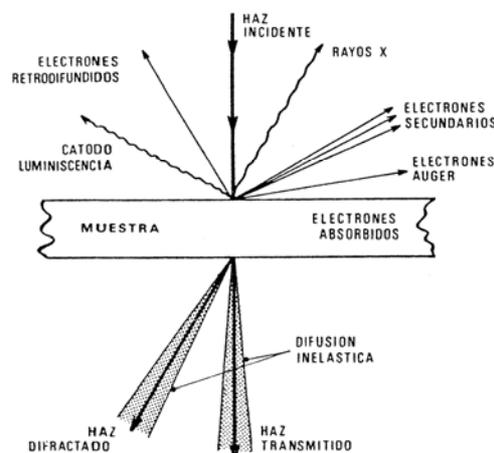
### TÉCNICAS Y ENSAYOS UTILIZADOS

A continuación se describen las técnicas y ensayos más destacados utilizados en el procedimiento experimental llevado a cabo. Estas técnicas y ensayos fueron realizados en diferentes laboratorios pertenecientes a INTI-Mecánica e INTI-Química, en los Laboratorios de Materiales y de Materiales y Estructuras de la FI-UBA y en el Laboratorio de Sólidos Amorfos de la misma Facultad.

#### Microscopía Electrónica de Barrido [19,48]

Los microscopios electrónicos de barrido (SEM) son particularmente útiles para investigaciones de análisis de falla. Esto se debe a varias razones, pero fundamentalmente a que el SEM permite observar superficies, desde bajos aumentos hasta grandes magnificaciones (desde aproximadamente 10x hasta aumentos mayores a 100.000x). La capacidad de obtener en foco imágenes de muestras rugosas con cambios importantes de alturas se denomina *Profundidad de Campo* y es esta característica particular la que le brinda a las imágenes SEM la apariencia tridimensional.

La técnica esencialmente consiste en hacer incidir en la muestra un haz de electrones con suficiente energía para producir diferentes señales que son recogidas mediante detectores (Figura 3-1), todo dentro de una cámara de vacío. Cada una de estas señales puede ser detectada separadamente y visualizada sobre la pantalla de observación.



**Figura 3-1.** Señales que se originan en la superficie de una muestra como resultado de la interacción con un haz de electrones

En la Tabla 3-I se describen los distintos "modos" en los cuales puede operar un microscopio electrónico de barrido, la información estructural que proporcionan cada tipo de imagen, así como la resolución máxima de cada uno de ellos.

**Tabla 3-I.** Modos de operación del microscopio electrónico de barrido

MODO	SEÑAL DETECTADA	INFORMACIÓN	RESOLUCIÓN
Emisivo	Electrones Secundarios	Topografía Voltaje Campos Eléctricos y Magnéticos	10 nm 100 nm 1 µm
Reflectivo	Electrones Retrodifundidos	Composición Topografía	100 nm
Cátodo Luminiscencia	Fotones	Composición	100 nm
Absorción	Corriente Absorbida	Topografía	1 µm
Conductivo	Corriente Inducida	Conductividad Inducida	100 nm
Rayos X	Rayos X Característicos	Composición	1 µm
Transmisión	Electrones Transmitidos	Cristalografía de la muestra	1 nm
Auger	Electrones	Composición	1 µm

Debido a la facilidad de interpretación de las imágenes, el modo comúnmente utilizado es el *Emisivo*, asimismo otro modo de uso generalizado por su practicidad para determinar diferencias de composición es el *Reflectivo*.

### Preparación de muestras

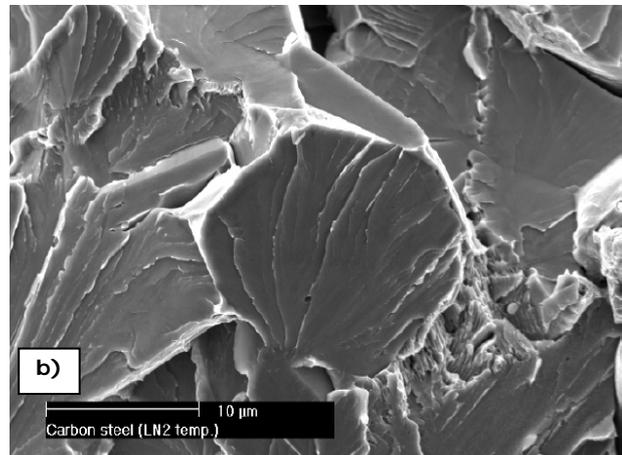
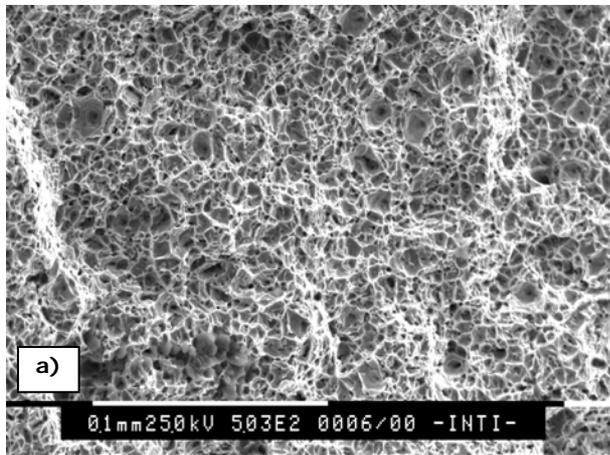
Usando SEMs convencionales, las muestras necesitan ser conductoras para permitir que los electrones provenientes del haz puedan desplazarse sobre la superficie de la muestra (mar de electrones), previniendo así que la muestra se cargue y por lo tanto, que la visualización empeore. Por esta razón, la preparación en el caso de muestras no conductoras se reduce a una metalización de su superficie generalmente con oro.

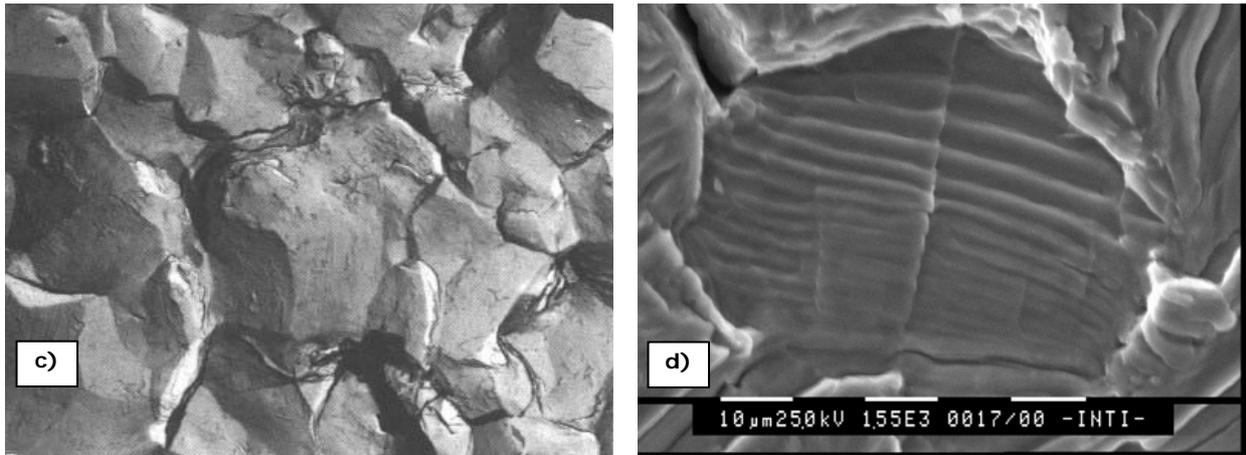
Las muestras también deben estar secas a fin de mantener el nivel de vacío en la cámara y prevenir el desgasificado que podría afectar el haz de electrones y nuevamente, empeorar la visualización. Sin embargo, la preparación de las muestras para su observación con SEM ha sufrido una revolución en los últimos años con la introducción de SEMs ambientales y de baja presión. Ahora, con el desarrollo de estas tecnologías, las muestras no conductoras, secas o húmedas, pueden ser observadas con éxito. Por lo tanto, la preparación de las muestras ha pasado a depender del tipo de microscopio usado.

## Aplicaciones del SEM en fractografía

La fractografía es una de las aplicaciones más comunes del SEM. La gran profundidad de campo, la posibilidad de variar la magnificación en un amplio rango, la preparación sencilla y no destructiva de las muestras, su inspección directa y la apariencia tridimensional de las fractografías, convierten al SEM en una herramienta indispensable para el análisis de falla y las investigaciones en el campo de la fractura. Si bien la interpretación de microfractografías requiere de práctica y de la comprensión de los mecanismos de fractura, hay algunas características básicas que son claramente reconocibles y que indican un modo particular de falla (Figura 3-2):

- Fractura con dimples: típica de fallas por sobrecarga de materiales dúctiles.
- Facetas por clivaje: típica de fractura frágil transgranular de metales y aleaciones bcc y hcp.
- Fractura frágil intergranular: típica de los aceros fragilizados por temperatura, donde la fractura se debe a la segregación de especies frágiles hacia los bordes de grano, la fisuración intergranular por stress-corrosion o a la fragilización por hidrógeno.
- Estrías de la Etapa II: típicas de fallas producidas por el crecimiento de una fisura por fatiga.



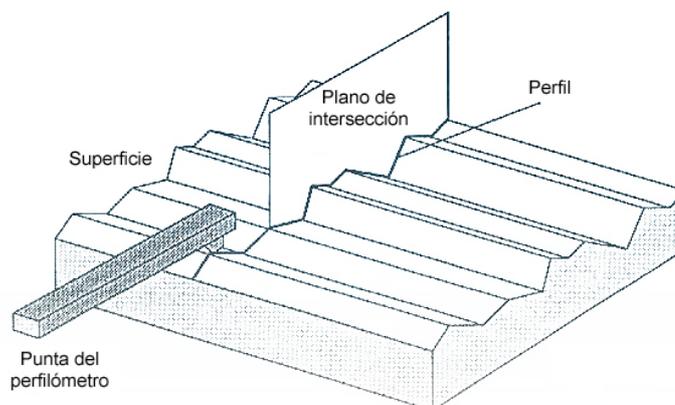


**Figura 3-2.** Microfractografías. a) fractura con dimples, b) facetas por clivaje, c) fractura frágil intergranular, d) estrías de la Etapa II

### **Perfilometría** [17,49]

La perfilometría es una técnica que aporta información respecto de las características topográficas a través de la medición de parámetros de rugosidad. Para elementos sometidos a tensión, los defectos superficiales pueden actuar como concentradores de tensión favoreciendo la rotura. Por lo tanto, la medición de dichos parámetros de rugosidad es una herramienta importante ya que dan cuenta de la potencial existencia de concentradores de tensión que pueden afectar al componente. Desde el punto de vista de las propiedades de fatiga, es muy conocido el hecho que ha mayor rugosidad superficial la vida a la fatiga disminuye.

Los equipos actuales obtienen un perfil de la superficie a partir de las variaciones de altura de una punta que recorre cierta longitud sobre la muestra (Figura 3-3). Con dicho perfil se calculan posteriormente los parámetros de rugosidad.



**Figura 3-3.** Obtención del perfil de una superficie

Dentro de la gran variedad de parámetros de rugosidad que se pueden utilizar para caracterizar una superficie, los más utilizados en el campo de los materiales para aplicaciones biomédicas son: Rugosidad Media (Ra), Rugosidad Total (Rt) y Espaciado Medio de las irregularidades del perfil (Sm), todos ellos medidos en micrones. Estos valores se definen como:

**Ra:** la integral del valor absoluto de la rugosidad sobre la longitud de evaluación:

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |r(x)| \cdot dx$$

donde  $L$  es la longitud de referencia y  $r(x)$  el valor de altura medido.

**Rt:** la máxima distancia pico-valle sobre la longitud de evaluación

**Sm:** el valor medio de la distancia de separación entre las irregularidades del perfil sobre la longitud de evaluación:

$$Sm = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Sm_i$$

donde  $Sm_i$  es la distancia de separación entre las irregularidades del perfil y  $n$  es el número de distancias de separación medidas sobre la longitud de evaluación.

### **Difracción de Rayos X** [19,50,51]

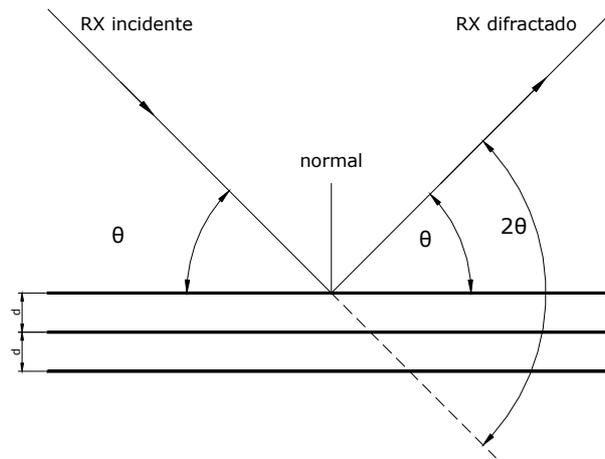
Las técnicas de difracción de rayos X aplicadas al estudio de materiales cristalinos, permiten obtener, en forma no destructiva, importante información sobre distintos aspectos de los mismos. En el campo específico de los tratamientos de superficie estas técnicas son prácticamente imprescindibles para determinar: fases presentes, proporción relativa de las mismas, orientaciones cristalinas preferenciales (textura cristalográfica), tensiones residuales y microdeformaciones.

### **Ley de Bragg**

El arreglo ordenado de los átomos en una estructura cristalina permite definir planos caracterizados por una distancia interplanar  $d$ . La ley de Bragg dice que se producirá difracción si se cumple la relación

$$\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$$

donde  $\lambda$  es la longitud de onda de la radiación X utilizada y  $\theta$  es el ángulo de difracción definido en el plano formado por el haz incidente (Figura 3-4).



**Figura 3-4.** Representación esquemática de la difracción

Los haces difractados están caracterizados no solo por su posición angular respecto del haz incidente sino también por su intensidad y por su forma (distribución de la intensidad alrededor del ángulo de difracción). Esta información se presenta típicamente en un gráfico de intensidad en función del ángulo  $2\theta$ , llamado diagrama de difracción.

La intensidad de los picos de difracción depende, para una estructura cristalina dada (cúbica, hexagonal, etc) del plano difractante y de la fracción en volumen de los granos en condiciones de difractar. Cada uno de estos parámetros (posición del pico de difracción, intensidad, forma) o su variación son los utilizados por las distintas técnicas.

La utilización de la difracción de rayos X para determinar las tensiones residuales implica las siguientes características:

- se aplica sólo a materiales cristalinos,
- es un método no destructivo,
- se obtiene información referida a las capas superficiales del material: algunos micrones o décimas de micrones.

El último punto explica la preponderancia de esta técnica en la caracterización de superficies.

### **Tensiones Residuales**

Las tensiones residuales se definen como tensiones en el rango elástico que quedan en el material luego de ser sometido a algún proceso termomecánico. Se las clasifica habitualmente en tres órdenes, según muestra la Figura 3-5, dependiendo del volumen de material que afectan:

- Tensiones residuales de 1º orden ( $\sigma_I$ ): son homogéneas en la escala de muchos granos.
- Tensiones residuales de 2º orden ( $\sigma_{II}$ ): son homogéneas en la escala de un grano.
- Tensiones residuales de 3º orden ( $\sigma_{III}$ ): son homogéneas en la escala de algunas distancias interatómicas.

Las de primer orden son llamadas macrotensiones y las de segundo y tercer orden se agrupan con el nombre de microtensiones.

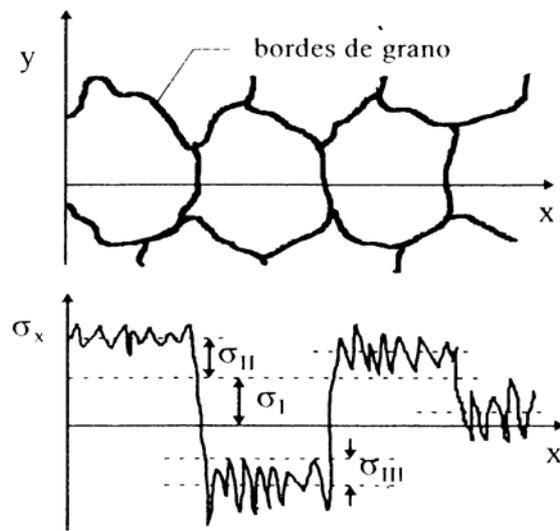


Figura 3-5. Esquema de los diferentes órdenes de las tensiones residuales

### Microtensiones

La estructura cristalina de los materiales reales presenta normalmente numerosos defectos y discontinuidades: bordes de grano, dislocaciones, celdas de dislocaciones, fallas de apilamiento, presencia de distintas fases, etc. Cada grano puede pensarse como un conjunto de pequeñas zonas elementales de estructura cristalina perfecta separadas por los defectos cristalográficos. Estas zonas son llamadas "dominio coherente". Cada dominio coherente tiene una deformación elástica distinta, que por la escala en que esta definida se denomina microdeformación. Las tensiones asociadas a este campo de deformaciones son las microtensiones.

La existencia de defectos y microdeformaciones se refleja en los picos de difracción a través de un ensanchamiento de los mismos debido a dos efectos: el tamaño del dominio coherente de difracción y la heterogeneidad de las microdeformaciones. Existen distintos tratamientos matemáticos de los picos de difracción que permiten obtener el tamaño de dominio y el valor cuadrático medio de las microdeformaciones. Cualitativamente puede obtenerse una idea global de los dos efectos a través del ancho a la mitad de altura del pico

de difracción: cuanto mayor es el ancho del pico menor es el dominio de difracción y mayor la heterogeneidad de las microdeformaciones o microtensiones.

### Macrotensiones

La macrotensiones se originan por un desajuste de volumen entre distintas zonas de una pieza o componente provocado por:

- deformación plástica inhomogénea (trabajado mecánico, granallado, etc),
- diferencia de coeficiente de dilatación térmica (recubrimientos a temperatura),
- transformaciones de fase (templado),
- introducción de átomos en regiones cercanas a la superficie (carburizado, nitrurado), etc.

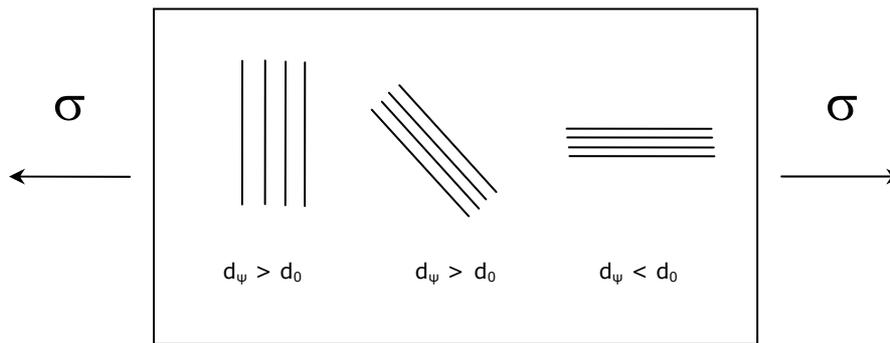
La medición de tensiones residuales por difracción de rayos X se realiza en forma indirecta, ya que la magnitud que se miden son deformaciones. Se toma como medida de la deformación la variación relativa de la distancia interreticular  $d$  entre planos cristalinos. En un material sin tensiones el valor  $d$  del espaciado de una familia de planos es independiente de la orientación de estos planos con respecto a la muestra (deformación  $\varepsilon=0$ ) En cambio en un material tensionado la deformación será función de la orientación del plano respecto de la tensión. Si la normal a la familia es coincidente con la dirección de la tensión, el espaciado aumentará o disminuirá en función del signo de la misma. En cambio, en caso de que sea perpendicular, aumentará si hay compresión y disminuirá si hay tensión (Figura 3-6). En los casos intermedios el resultado dependerá del ángulo de inclinación.

A partir de la ley de Bragg se obtiene la expresión de la deformación en función del ángulo de difracción:

$$\varepsilon = \frac{d_{\psi} - d_0}{d_0} = -\cotg\theta * \Delta 2\theta$$

Es decir, una variación del espaciado cristalina  $\Delta d$  se traduce en un desplazamiento angular del pico de difracción  $\Delta 2\theta$ . Dicho desplazamiento es tanto mayor cuanto más grande sea el ángulo de difracción, debido al factor  $\cotg\theta$ . En la práctica esto lleva a utilizar ángulos de Bragg grandes ( $2\theta > 120^\circ$ ) para obtener una mayor precisión.

Para el caso en que la normal a la superficie coincida con la norma a la familia de planos, estos corrimientos del pico de difracción de su posición de equilibrio implican la presencia de tensiones residuales de compresión si es hacia bajo ángulo (aumento del espaciado) y viceversa.



**Figura 3-6.** Variación del espaciado de un plano cristalino en función de su orientación respecto de la tensión

La Teoría de la Elasticidad predice dicho comportamiento a través de una ecuación que relaciona la deformación del espaciado cristalino con las constantes elásticas del material, con la tensión y con el ángulo de inclinación de la normal a la familia de planos con respecto a la normal a la muestra.

$$\varepsilon = \frac{d_{\psi} - d_0}{d_0} = \frac{(1 + \nu)}{E} * \sigma * \text{sen}^2 \psi$$

donde  $\psi$  es el ángulo de inclinación y el subíndice "0" corresponde a  $\psi=0$

Por lo tanto, conociendo el espaciado  $d_{\psi}$  y la inclinación  $\psi$  es posible calcular la macrotensión residual. El espaciado se determina mediante la ley de Bragg a través de la medición de la nueva posición del pico.

### **Aplicaciones del ensayo de fatiga por flexión rotativa** [35,36,52-54]

El diseño de cualquier componente biomecánico (implantes dentales, implantes quirúrgicos, etc.) no puede omitir considerar las propiedades a la fatiga del material, particularmente para aplicaciones que presenten durante su vida útil cargas cíclicas. Sumado a esto, el estado superficial del componente también es uno de los factores que afectan la resistencia a la fatiga. Por lo tanto, una forma de empezar a conocer los efectos del estado superficial en la vida a la fatiga de un componente, es focalizar el análisis en los efectos que tienen los tratamientos de superficie en la vida a la fatiga del material independizándose de las condiciones geométricas y las sollicitaciones reales de carga.

Como se describió oportunamente, la fatiga es un fenómeno que depende del material, tipo de carga, frecuencia, tensión media, medio ambiente, condición superficial, etc. y estos parámetros afectan el mecanismo de propagación, la nucleación, la resistencia a la fatiga, el límite de fatiga. Por lo tanto existe un abanico de posibilidades de estudio, con objetivos

muy diversos y amplias aplicaciones. En nuestro caso con el fin de focalizar el estudio en la influencia de los tratamientos de superficie, se trabajó con un mismo material, un solo tipo de ensayo y con parámetros del ciclo de tensión constantes ( $R$ ,  $\sigma_a$ ,  $\sigma_{m\acute{a}x}$ ,  $\sigma_{m\acute{i}n}$ ,  $\sigma_m$ ).

Existen distintas configuraciones para las máquinas de flexión rotativa entre las que se destacan la máquina de Wöhler y la de Schenck. En la primera, la probeta gira en voladizo con carga en su extremo libre, ofreciendo el inconveniente que el momento flector aumenta linealmente, pudiéndose producirse la fractura en el radio de la superficie de continuidad entre el largo calibrado y la cabeza de amarre, o sea en el sector donde actúan los momentos máximos. En la máquina de Schenck, estos inconvenientes se evitan ya que la probeta soporta las cargas que le son aplicadas en dos puntos, de manera de obtener la condición de momento flector constante en todo el largo calibrado, en el cual el esfuerzo de corte se anula. Esta forma de obtener el efecto de fatiga ofrece el inconveniente de que se trata de un ensayo que afecta en mayor grado la superficie del material. Finalmente, las probetas empleadas se presentan en diversas formas y dimensiones según la máquina de ensayo a utilizar y el tipo de tensión a aplicar.

La elección del ensayo de fatiga por flexión rotativa para realizar el estudio, se debe a que en este ensayo la probeta se encuentra sometida a un estado de flexión por el cual las tensiones actuantes en una fibra a cierta distancia del eje neutro cambian de signo cada medio giro de la probeta. De esta manera, las fibras estarán sometidas a una tensión alternativa cuya amplitud será máxima para las más alejadas del eje de la probeta. Por esta razón, es un ensayo sensible a los cambios superficiales fundamentalmente cuando están en juego variables tales como tensiones residuales y endurecimiento superficial, ya que sus efectos son más evidentes cuanto mayor es el gradiente de tensiones generado.

## **PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

El procedimiento experimental estuvo dividido en tres etapas las cuales corresponden a la caracterización del material base, la caracterización de los tratamientos de superficie realizados y finalmente, la evaluación de los efectos de estos últimos en la vida a fatiga a través de ensayos de fatiga por flexión rotativa, y la caracterización de las muestras ensayadas. Las dos primeras etapas fueron preliminares y estuvieron orientadas a favorecer el entendimiento de los resultados obtenidos posteriormente en la etapa final.

### **Etapa I - Caracterización del material**

El material de estudio fue titanio comercialmente puro (c.p.) grado 4 en barras de 6,4 mm de diámetro y muestras planas de 18x18 mm y 8 mm de espesor.

A partir de las barras se confeccionaron probetas para el ensayo de tracción, los ensayos de fatiga, el análisis metalográfico, el análisis químico y el ensayo de microdureza.

Las muestras planas se obtuvieron por mecanizado y sólo fueron utilizadas para realizar los análisis por difracción de rayos X.

### **Ensayos realizados para caracterizar el material**

A fin de conocer las propiedades del material de estudio se realizó una caracterización a través del análisis de composición química, el ensayo de tracción, el análisis metalográfico y el ensayo de microdureza.

#### **Composición química**

El análisis de composición química fue realizado en el Laboratorio de metales de INTI-Química. Debido a que este Centro carece del equipamiento necesario para detectar gases en aleaciones base titanio, sólo se cuantificaron los contenidos de Fe y C. Se compararon los valores obtenidos con los límites que impone la norma ASTM F 67 para este material [41].

#### **Análisis microestructural**

Se confeccionó una probeta metalográfica con una sección transversal y otra longitudinal de la barra de titanio. La probeta fue desbastada hasta papel 1200, pulida con alúmina 1 µm, luego pasta diamantada 1 µm y finalmente con alúmina 0,05 µm. Durante el pulido intermedio y el pulido final se realizaron ataques parciales para alcanzar la terminación deseada [55]. Las observaciones se realizaron a través de un Microscopio Óptico Zeiss Axiotech.

Con el fin de revelar la microestructura de las probetas se atacó con reactivo Kroll 's (10% HF, 5% HNO<sub>3</sub>, 85% H<sub>2</sub>O-Reactivo N° 197 ASTM E 407) [56].

Se determinó el Tamaño de Grano Medio según la norma ASTM E 112 [57].

**NOTA:** Esta misma metodología fue empleada en todos los casos en los que fue necesario un análisis microestructural. Cabe aclarar que en algunos casos se complementó la observación microestructural con Microscopía Electrónica de Barrido, fundamentalmente cuando el objetivo era caracterizar los bordes de cortes longitudinales.

### Ensayo de tracción

El ensayo de tracción fue realizado en una Máquina Universal Shimadzu UH-1000 kNA con un extensómetro Shimadzu ST 50 50-50. Este ensayo fue realizado siguiendo los requerimientos de la norma ASTM E 8M [58].

Se ensayó un trozo de barra del material en estudio de 20 mm de longitud con el fin de obtener la resistencia a la tracción, la tensión de fluencia, el alargamiento a rotura y la reducción del área a la falla. Se compararon los valores obtenidos con los límites que impone la norma ASTM F 67 para este material [41].

Además, se caracterizó la superficie de fractura con microscopía electrónica de barrido y se observó la microestructura de la sección longitudinal de la superficie de fractura.

### Ensayo de microdureza Vickers

Para determinar la microdureza Vickers del material se promediaron los resultados obtenidos sobre la sección transversal. Se realizaron cinco mediciones de microdureza con una carga de 0,1 kg siguiendo el procedimiento específico de ensayo PE 22.09:03 de INTI-Mecánica [59]. Se utilizó un Microdurómetro Shimadzu HMV-2000.

### Análisis por Difracción de Rayos X

Se analizó el material de las muestras planas por Difracción de Rayos X utilizando un difractómetro RIGAKU. En este sentido, se recuerda que la superficie que se toma como referencia para esta caracterización se obtuvo por mecanizado.

Los parámetros del ensayo fueron:

- Radiación Cu-K $\alpha$  = 1,5418 Å
- Intervalo 2 $\theta$  barrido: 33° - 145°
- Velocidad: 0,8 °/min
- Paso: 0,05°
- Monocromador de grafito
- Ranuras: 0,5 - 0,5 - 0,8 - 0,8

## **Etapa II – Realización y caracterización de los tratamientos de superficie**

La elección de los tratamientos de superficie apunta a la evaluación de topografías que en la actualidad se utilizan en implantología oral, ya sea a nivel nacional como internacional.

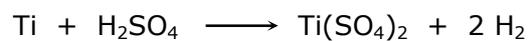
Se utilizaron cuatro condiciones superficiales distintas para evaluar los efectos en la vida a la fatiga: superficie mecanizada sin tratamiento de superficie, superficie con tratamiento de grabado ácido, superficie con tratamiento de blasting y superficie con tratamiento dual de blasting y ataque ácido. La superficie mecanizada se utilizó como referencia.

## Realización de los tratamientos de superficie

A continuación se describen la metodología y los parámetros utilizados para realizar cada uno de los tratamientos de superficie estudiados.

### Tratamiento de Grabado Ácido

Para el tratamiento de grabado ácido se utilizó una solución de ácido sulfúrico 9M a una temperatura de 60°C. La reacción que tuvo lugar entre el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y el titanio fue la siguiente:



El tratamiento se realizó a baño maría utilizando una plancha calefactora. Previo al tratamiento, las probetas fueron limpiadas en ultrasonido con alcohol isopropílico durante 5 minutos. En la Figura 3-7 se muestra el dispositivo utilizado para el tratamiento.



Figura 3-7. Dispositivo utilizado para realizar el tratamiento de grabado ácido

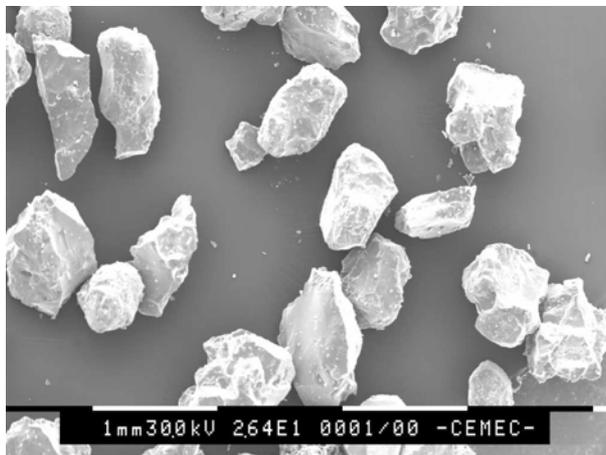
### Tratamiento de Blasting

El tratamiento de blasting se realizó con mezcla de partículas de alúmina marrón grano F36 y alúmina marrón grano F80, con un tamaño medio entre 425-600 µm. El resto de los parámetros de proceso fueron: presión de trabajo 8 bar, distancia de la boquilla a la muestra de 60 a 80 mm, ángulo de incidencia de las partículas 90° aproximadamente.

El equipo utilizado para la realización del tratamiento fue una Granalladora Air Blasting S.A. En las Figuras 3-8 y 3-9 se pueden observar imágenes de una probeta en tratamiento y de las partículas utilizadas.



**Figura 3-8.** Probeta en tratamiento



**Figura 3-9.** Imagen SEM de las partículas utilizadas 26x

### Tratamiento de Blasting + Grabado Ácido

El tratamiento de blasting + grabado ácido fue realizado utilizando las condiciones de proceso detalladas anteriormente. Se realizó en primer lugar el tratamiento de blasting y posteriormente el grabado ácido. Antes de realizar el grabado ácido las probetas fueron limpiadas en ultrasonido con alcohol isopropílico durante 5 minutos.

### **Análisis realizados para caracterizar las superficies**

La caracterización de las superficies tratadas bajo las distintas condiciones se efectuó a partir de:

- observación con SEM de las topografías,
- medición de la rugosidad superficial,
- observación microestructural, y
- análisis de las tensiones residuales.

La topografía, la microestructura y la rugosidad se caracterizaron sobre las probetas de fatiga mientras que, para la determinación de tensiones residuales fue necesario confeccionar probetas planas a partir de las placas de 18x18 mm. Previo a la realización de los tratamientos, la superficie de estas muestras fue mecanizada.

### Topografía

En el presente trabajo se utilizó un microscopio electrónico de barrido Phillips modelo SEM 505. Las muestras fueron lavadas con alcohol etílico en ultrasonido durante 4-5 minutos y secadas con una lámpara de calor antes de ser observadas, y las muestras no conductoras fueron metalizadas con oro. Además, a los efectos de confirmar la presencia de partículas foráneas incrustadas en las superficies se utilizó una microsonda dispersiva en energía (EDS) acoplada al SEM que permite realizar análisis químicos semicuantitativos.

### Rugosidad

Para la caracterización de la rugosidad se obtuvieron los valores de la Rugosidad Media (Ra), la Rugosidad Total (Rt) y el Espaciado Medio (Sm) utilizando un perfilómetro Taylor Hobson modelo Surtronic 3+. Los valores reportados para cada condición son el promedio de cinco mediciones sobre una probeta. Estas determinaciones fueron realizadas sobre cinco generatrices distintas de la probeta, procurando que las mismas se encuentren distribuidas en toda la circunferencia.

### Análisis microestructural

Se prepararon probetas metalográficas con cortes longitudinales de distintas probetas con las condiciones superficiales en estudio. Se relevó el perfil de cada una de las superficies a los efectos de caracterizar los defectos superficiales introducidos y se caracterizó la microestructura del material en el entorno de la superficie. Las observaciones se realizaron por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

### Tensiones residuales

Para la obtención de los espectros de intensidad se realizó el barrido alrededor del ángulo  $2\theta = 139,5^\circ$  correspondiente a la familia de planos (2 1 3). Se ensayó una probeta por condición superficial. Los tratamientos se realizaron sobre superficies previamente mecanizadas a fin de representar las condiciones utilizadas para los ensayos de fatiga.

Los parámetros del ensayo fueron:

- Radiación Cu-K $\alpha$  = 1,5418 Å
- Intervalo 2 $\theta$  barrido: 135° - 144°
- Velocidad: 0,06 °/min
- Paso: 0,01°
- Monocromador de grafito
- Ranuras: 0,5 - 0,5 - 0,8 - 0,8

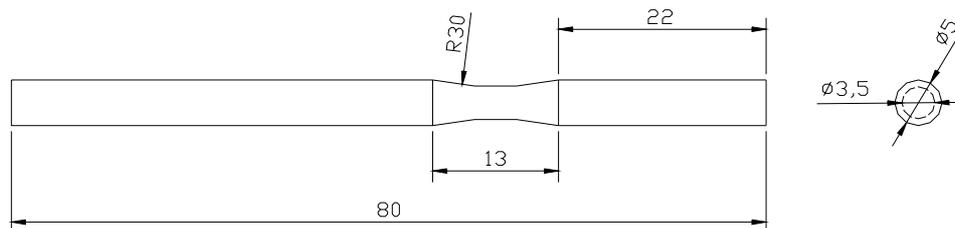
### **Etapa III – Ensayos de fatiga y caracterización de probetas ensayadas**

#### **Ensayo de fatiga por flexión rotativa**

Los ensayos de fatiga por flexión rotativa (R=-1) fueron realizados en una máquina de fatiga M.O.P. Tipo CT 8/30 a una frecuencia de 33,33 Hz (2000 rpm), en aire y a temperatura ambiente. Las probetas fueron ensayadas bajo distintas condiciones de carga y con amplitud de tensión constante.

La máxima tensión aplicada fue del orden de 2/3 de la tensión de rotura del material según lo aconsejado por la bibliografía para fatiga de alto ciclo [35]. El criterio de vida infinita adoptado fue de  $10^7$  ciclos.

La configuración de este ensayo corresponde a una viga empotrada en voladizo en cuyo extremo libre se carga gravitatoriamente mediante un peso calibrado generando una tensión constante a lo largo del tiempo, cuyo valor es máximo en la sección de menor diámetro. Un esquema de la geometría de las probetas ensayadas se puede observar en al Figura 3-10.



**Figura 3-10.** Esquema de una probeta de fatiga

En la Figura 3-11 se muestra la imagen de una probeta colocada en la máquina previo a la realización del ensayo. En esta fotografía se puede ver el dispositivo de aplicación de la carga y el contador del número de ciclos a la falla ( $N_f$ ).

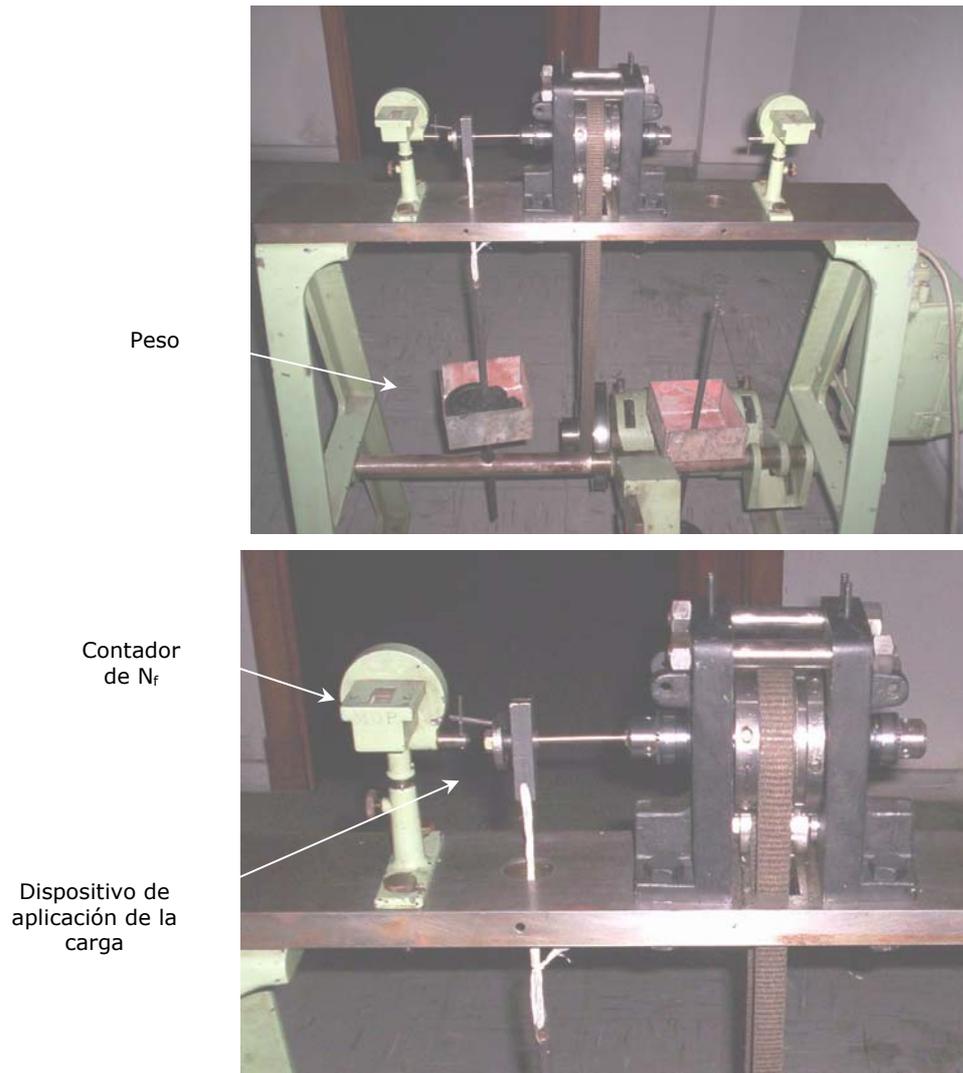


Figura 3-11. Configuración del ensayo de fatiga

La máquina cuenta con la posibilidad de realizar los ensayos a 1000, 2000 y 3000 rpm correspondientes a frecuencias de 17, 33 y 50 Hz respectivamente.

#### Cálculo de tensión. Metodología

Para definir el peso requerido para obtener la tensión deseada se realizó antes de cada ensayo un cálculo de estimación.

Para el cálculo de estimación de la tensión aplicada se parte de la magnitud del peso (P) y de la distancia desde el extremo libre al diámetro mínimo de la sección calibrada (d). Con estos datos se calcula el momento flexor aplicado ( $M_f$ ).

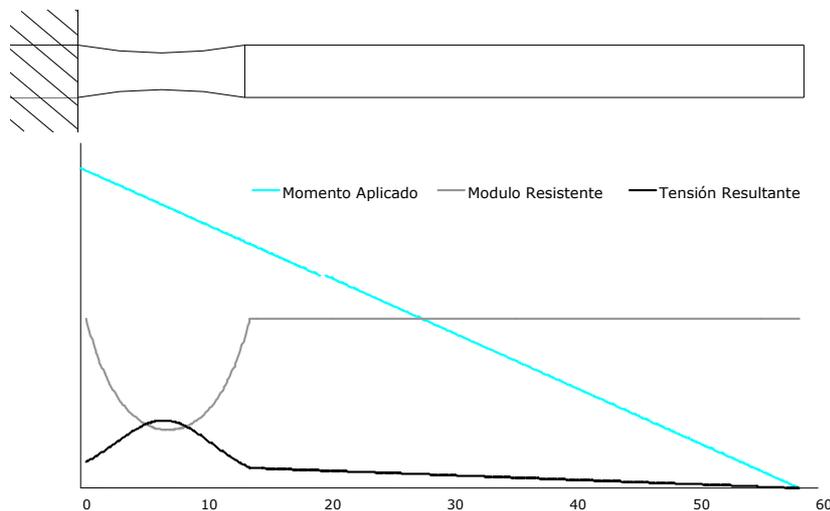
$$P \cdot [\text{kgf}] = F \cdot [\text{N}] * 9,8 [\text{m/s}^2]$$

$$M_f \cdot [\text{Nmm}] = F \cdot [\text{N}] * d \cdot [\text{mm}]$$

Suponiendo que la falla se producirá en el diámetro más pequeño (D) de la longitud calibrada de la probeta, calculo el módulo resistente para esta sección, el cual se define como el cociente entre el Momento de Inercia de la sección en estudio ( $\pi \cdot D^4/64$ ) y el radio de la misma (D/2),

$$Z \text{ [mm}^3\text{]} = \frac{2 \cdot I}{D} = \frac{\pi \cdot D^3 \text{ [mm]}}{32}$$

La hipótesis que la falla se producirá en la sección más pequeña esta basada en el cálculo de la tensión resultante a lo largo de la probeta para una dada carga aplicada. En la Figura 3-12 se muestra esquemáticamente que aunque el máximo momento se produce en el empotramiento, el aumento del módulo resistente en la sección calibrada conduce a que el pico de tensión resultante sea máximo en la menor sección.



**Figura 3-12.** Esquema de la variación de la tensión resultante para una probeta cargada

A partir de los datos de  $M_f$  y  $Z$  se obtiene una estimación de la tensión aplicada (S) antes de realizar el ensayo,

$$S \cdot \text{[MPa]} = \frac{M_f \cdot \text{[Nmm]}}{Z \cdot \text{[mm}^3\text{]}}$$

Debido que la rotura no se produce necesariamente en la sección más pequeña de la probeta, una vez concluido el ensayo se controló el diámetro de la sección (D') sobre la cual se produjo la fractura, y el brazo de palanca final (d') con el fin de recalcular la tensión aplicada.

Se ensayaron entre 8 y 11 probetas para cada tratamiento de superficie. A partir de la realización de los ensayos de fatiga se construyó la curva  $\sigma_a$ - $N_f$  para cada condición superficial.

### **Caracterización de probetas ensayadas**

La caracterización de las probetas de fatiga ensayadas estuvo orientada fundamentalmente a complementar el análisis de los efectos de los tratamientos de superficie en el inicio de una fisura por fatiga.

#### *Superficies de fractura*

Con el objetivo de localizar macroscópicamente la zona de inicio y caracterizar los mecanismos actuantes en la propagación de fisuras por fatiga se observaron todas las superficies de fractura de las probetas ensayadas por microscopía electrónica de barrido. Asimismo, para complementar la caracterización, se relevaron cortes longitudinales de las superficies de fractura.

#### *Nucleación de fisuras por fatiga*

Se confeccionaron probetas metalográficas de las secciones longitudinales de probetas que fallaron a distinto número de ciclos con las distintas condiciones de superficie. En este sentido se procuró abarcar todo el intervalo de número de ciclos a la falla estudiado. Se relevó el perfil de las superficies con el objeto de localizar fisuras que nuclearon y no llegaron a propagarse. Las observaciones se realizaron por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

# CAPÍTULO 4

R  
E  
S  
U  
L  
T  
A  
D  
O  
S  
  
E  
T  
A  
P  
A  
  
I

## RESULTADOS ETAPA I - 4

### ETAPA I - CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL

#### Análisis químico

En la Tabla 4-I se muestran los valores de las determinaciones realizadas. Los valores están expresados en Porcentaje en Peso [%].

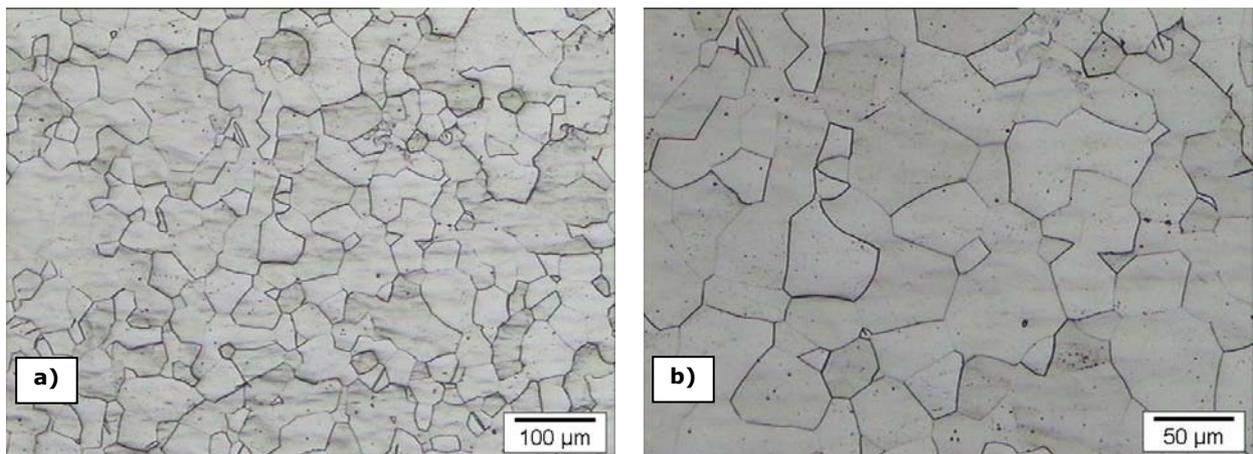
**Tabla 4-I.** Resultados del análisis químico, % (m/m)

C	Fe
< 0,01	0,05

Comparando estos resultados con los requeridos por la norma ASTM F 67 podemos destacar que tanto el carbono como el hierro se encuentran dentro de los márgenes permitidos [41].

#### Análisis microestructural

En la Figura 4-1 se muestran imágenes de la microestructura de la sección transversal obtenidas con el microscopio óptico.



**Figura 4-1.** Imágenes OM de la microestructura del titanio. a) 100x, b) 200x

El análisis metalográfico reveló una microestructura de granos equiaxiales de fase  $\alpha$  tanto en la sección transversal como en la longitudinal. El Tamaño de Grano Medio fue N<sup>o</sup> 7 según la norma ASTM E 112 utilizando el método comparativo A (Lámina II) [57].

### **Ensayo de tracción**

A partir del ensayo de tracción se pudieron conocer la resistencia a la tracción, la tensión de fluencia, el alargamiento a la rotura y la reducción de área. En la Tabla 4-II se detallan los valores obtenidos.

**Tabla 4-II.** Resultados del ensayo de tracción

$\sigma_{UTS}$ [MPa]	$\sigma_{0,2}$ [MPa]	e [%]	A [%]
685	572	25,2	35,5

Estos resultados cumplen con los requerimientos de la norma ASTM F 67 para titanio comercialmente puro grado 4 [41].

En la Figura 4-2 se puede ver la imagen de la probeta de tracción ensayada. Allí se pueden apreciar la estricción y el labio de corte a 45° correspondiente a una fractura dúctil.



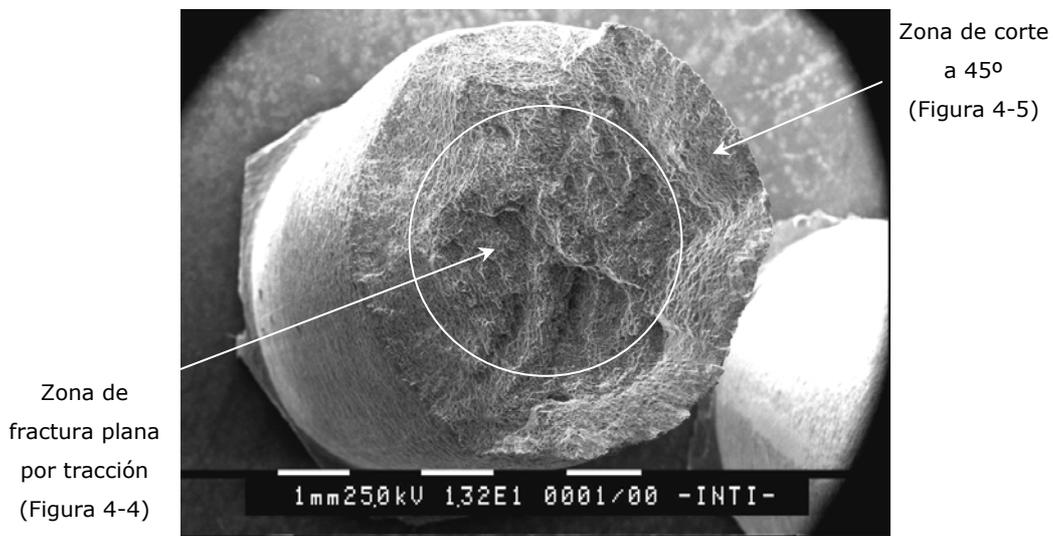
**Figura 4-2.** Probeta de tracción ensayada

Cabe destacar que la probeta sufrió un giro que probablemente esté asociado al intento de los granos del material de alinear las direcciones principales de deslizamiento con el eje de tracción [42].

De la observación macroscópica de la superficie de fractura surge que el tipo de rotura corresponde a una fractura "Copa-Cono", típica de materiales dúctiles como el titanio [35].

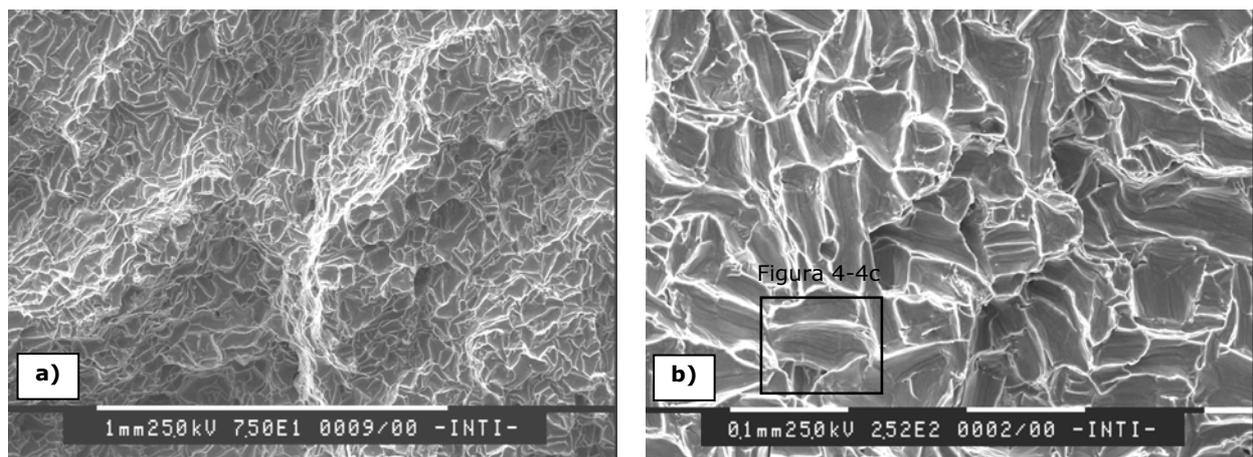
La Figura 4-3 evidencia la macrografía de la superficie de fractura. En ella se destaca la presencia de una zona de fractura plana por tracción, perpendicular a la dirección de la fuerza aplicada. Este tipo de superficie es producto de un sistema triaxial de tensiones correspondiente a un estado plano de deformación. Asimismo, es posible diferenciar la zona

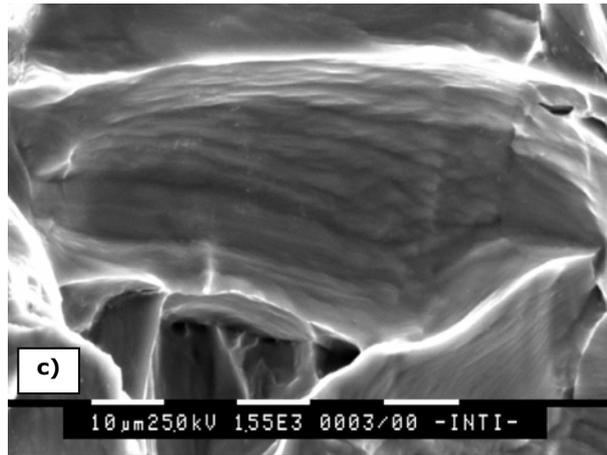
de corte a 45° la cual se produce bajo un estado de plano de tensión por la cercanía a la superficie libre de la probeta.



**Figura 4-3.** Macrografía de la superficie de fractura de la probeta de tracción

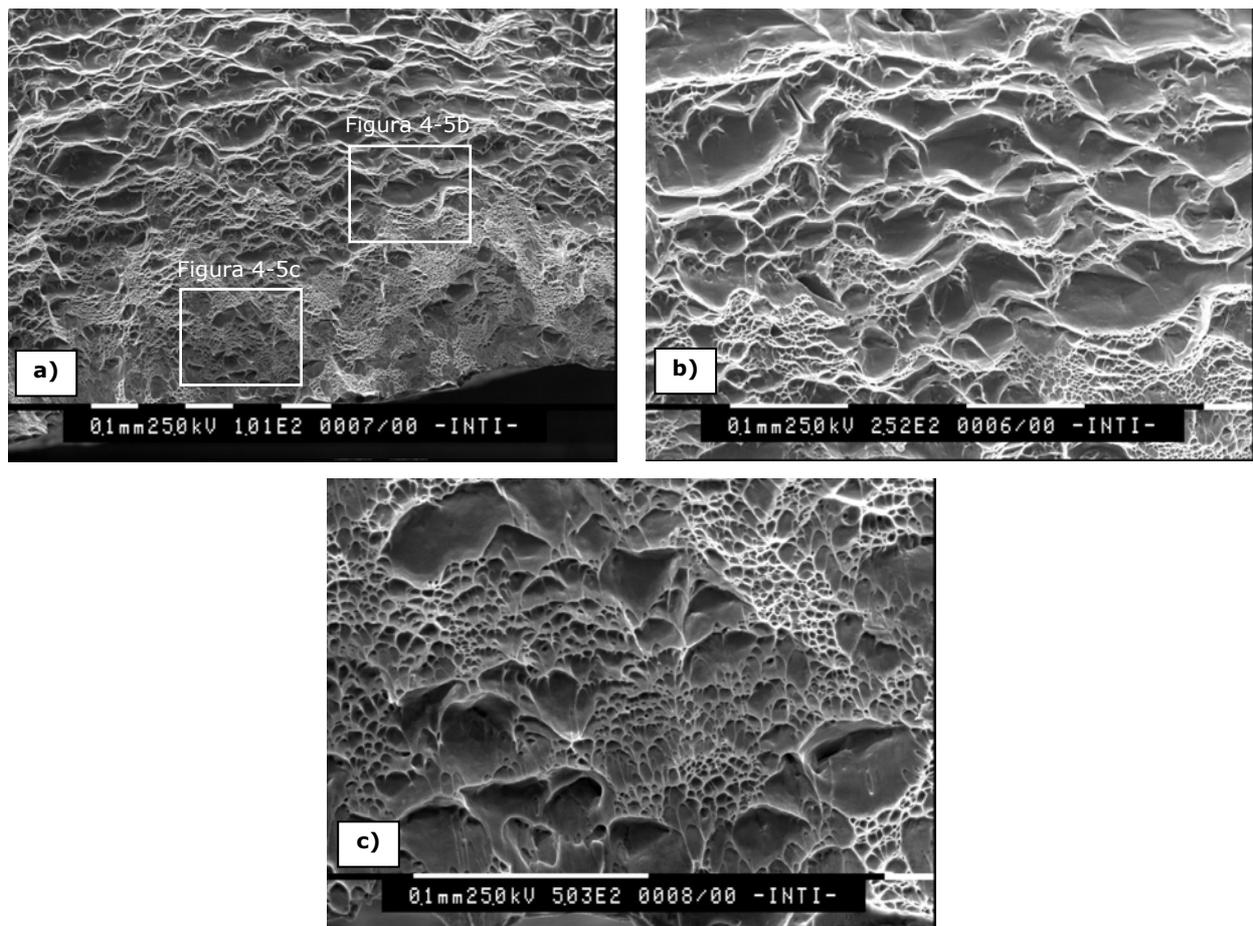
A continuación se detallan los resultados de la observación microscópica de las distintas zonas de la superficie de fractura. La Figura 4-4 muestra las características de la zona de rotura por tracción. Aquí se puede observar que el modo de coalescencia de microhuecos (dimples) característico de la fractura Copa-Cono no tuvo lugar, sin embargo se evidencia la presencia de líneas de deslizamiento que estarían asociadas a un mecanismo de fractura dúctil.





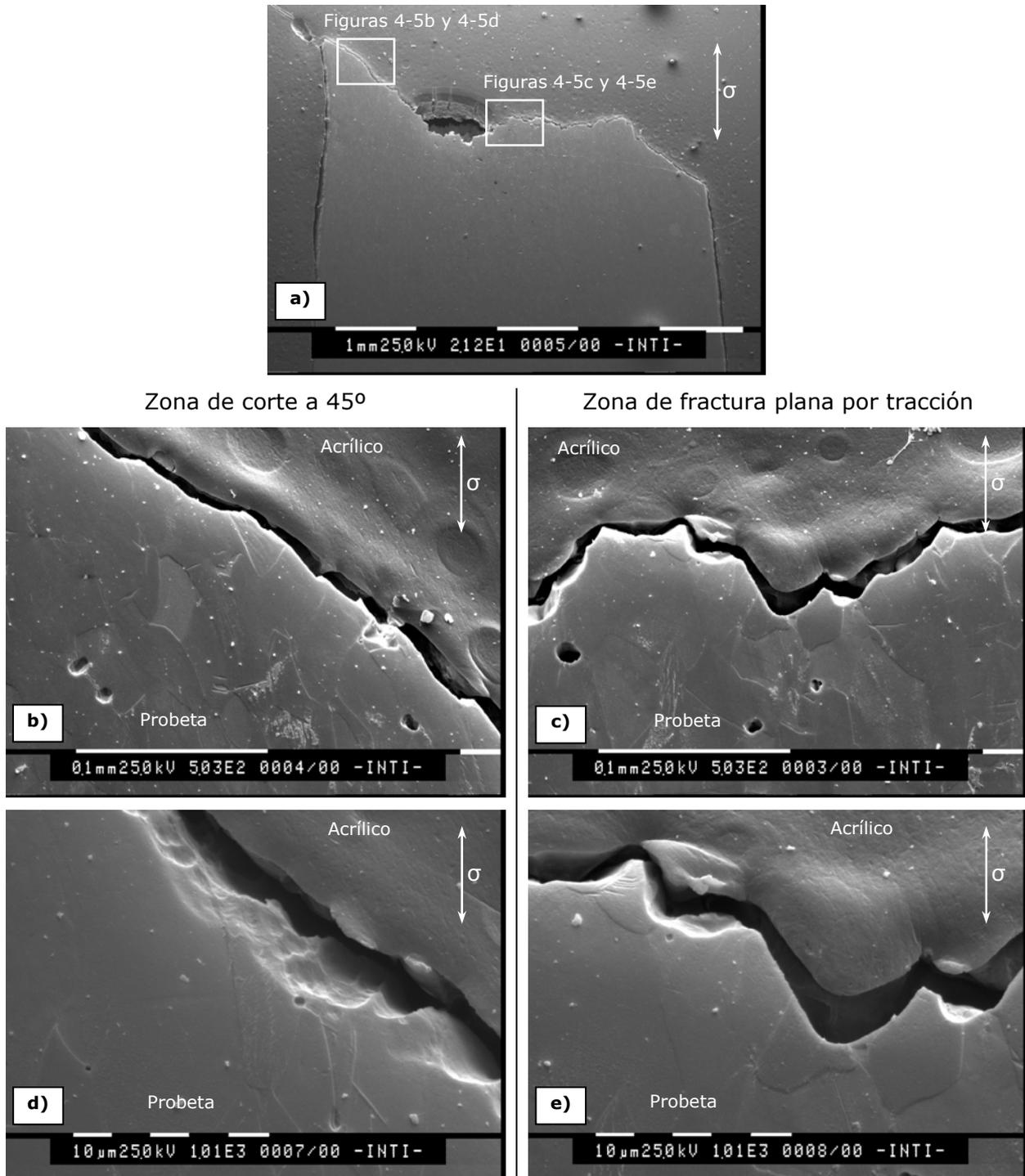
**Figura 4-4.** Imágenes SEM de la zona de fractura por tracción indicada en la Figura 4-3. a) 75x, b) 250x, c) 1500x

En la Figura 4-5 se muestran imágenes microscópicas de la zona de corte a 45°. Aquí se revelan dimples elongados con su eje longitudinal en la dirección de la fuerza de corte [38].



**Figura 4-5.** Imágenes SEM de la zona de fractura por corte a 45° indicada en la Figura 4-3. a) 100x, b) 250x, c) 500x

Por otra parte en la Figura 4-6 se observan imágenes de la sección longitudinal de la probeta de tracción ensayada. Allí se destaca la deformación generalizada de los granos en el sentido del esfuerzo aplicado. Por otro lado, tanto en la zona de fractura plana como en la zona de corte la rotura se produjo en forma transgranular.



**Figura 4-6.** Imágenes SEM del corte longitudinal de la probeta de tracción. a) Vista general; Zona de corte a 45°: b) 500x y d) 1000x; Zona de fractura plana por tracción: c) 500x y e) 1000x

### **Ensayo de microdureza Vickers**

Las determinaciones se realizaron sobre la sección transversal siguiendo el procedimiento de ensayo de microdureza para barras. El promedio y la dispersión de las determinaciones realizadas se detallan en la Tabla 4-III.

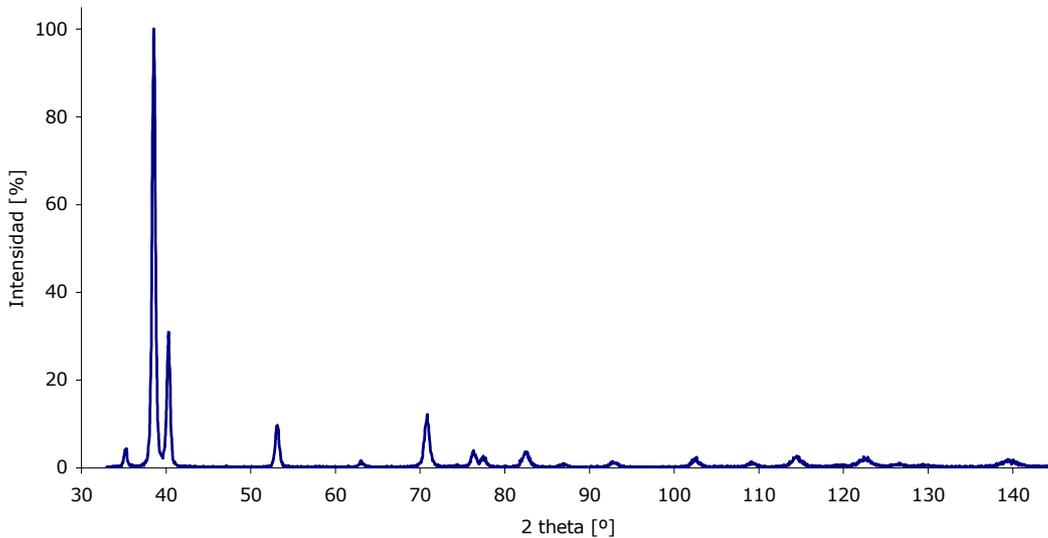
**Tabla 4-III.** Resultados del ensayo de microdureza

<b>HV<sub>(0,1 kg)</sub></b>	<b>Dispersión</b>
224	±10

Los valores determinados son coherentes con lo reportado en la bibliografía [60].

### **Análisis por Difracción de Rayos X**

En la Figura 4-7 se presenta el difractograma correspondiente al material base.



**Figura 4-7.** Difractograma del material de las muestras planas

El difractograma obtenido corresponde al espectro del titanio monofásico [61]. Sin embargo, se destaca que el material se encuentra texturado. Esta textura se hace evidente fundamentalmente en los picos de mayor intensidad ya que, según lo reportado, el máximo valor de intensidad debería corresponder a la familia de planos (1 0 1) que difractan a  $40,170^\circ$  (3º pico) [61].

# CAPÍTULO 5

R  
E  
S  
U  
L  
T  
A  
D  
O  
S  
  
E  
T  
A  
P  
A  
  
II

## RESULTADOS ETAPA II - 5

### ETAPA II - REALIZACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LOS TRATAMIENTOS DE SUPERFICIES

#### Realización de los tratamientos de superficie

En la Figura 5-1 se muestran probetas con las distintas condiciones superficiales.

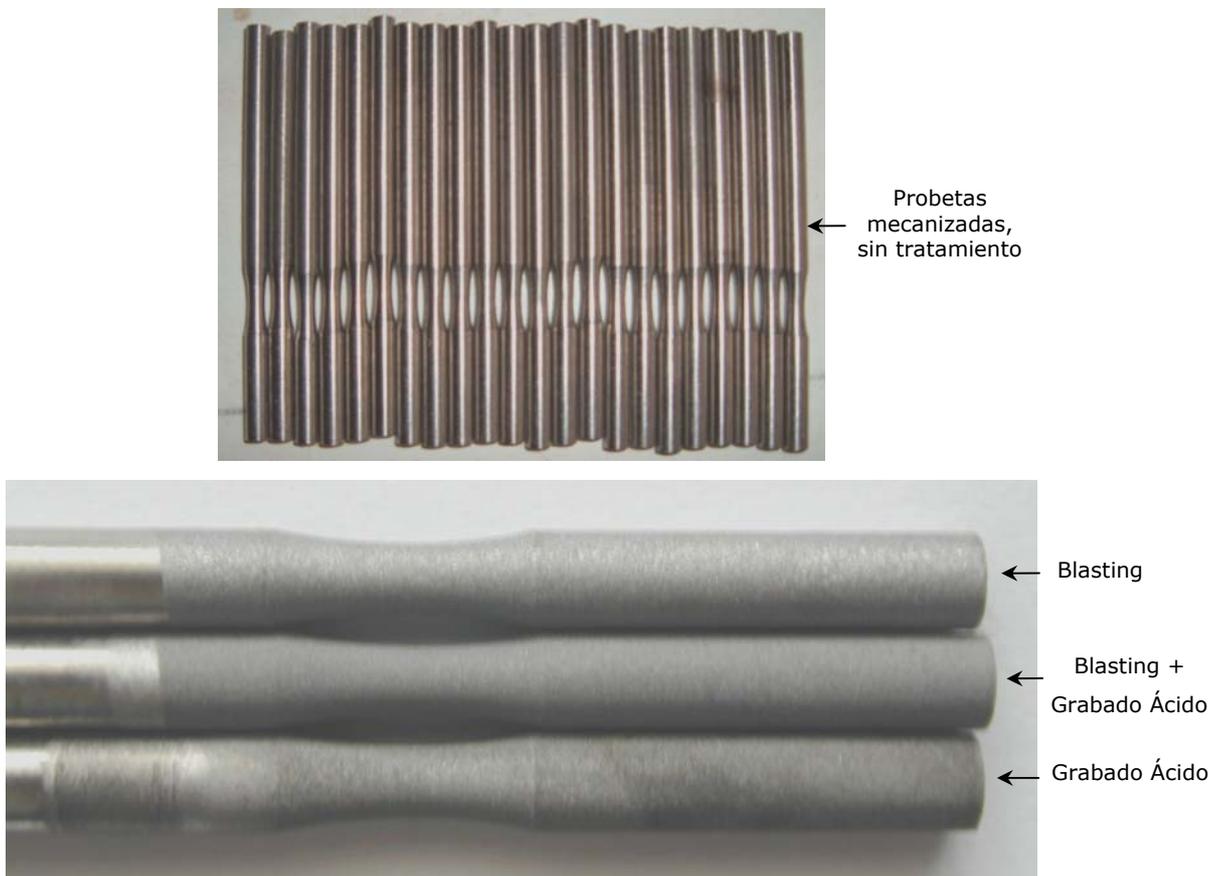


Figura 5-1. Probetas con los distintos tratamientos de superficie

#### Caracterización de los tratamientos de superficie

##### Topografía

En la Figura 5-2, correspondiente a la superficie mecanizada, es posible apreciar marcas paralelas equidistantes características del proceso de mecanizado.

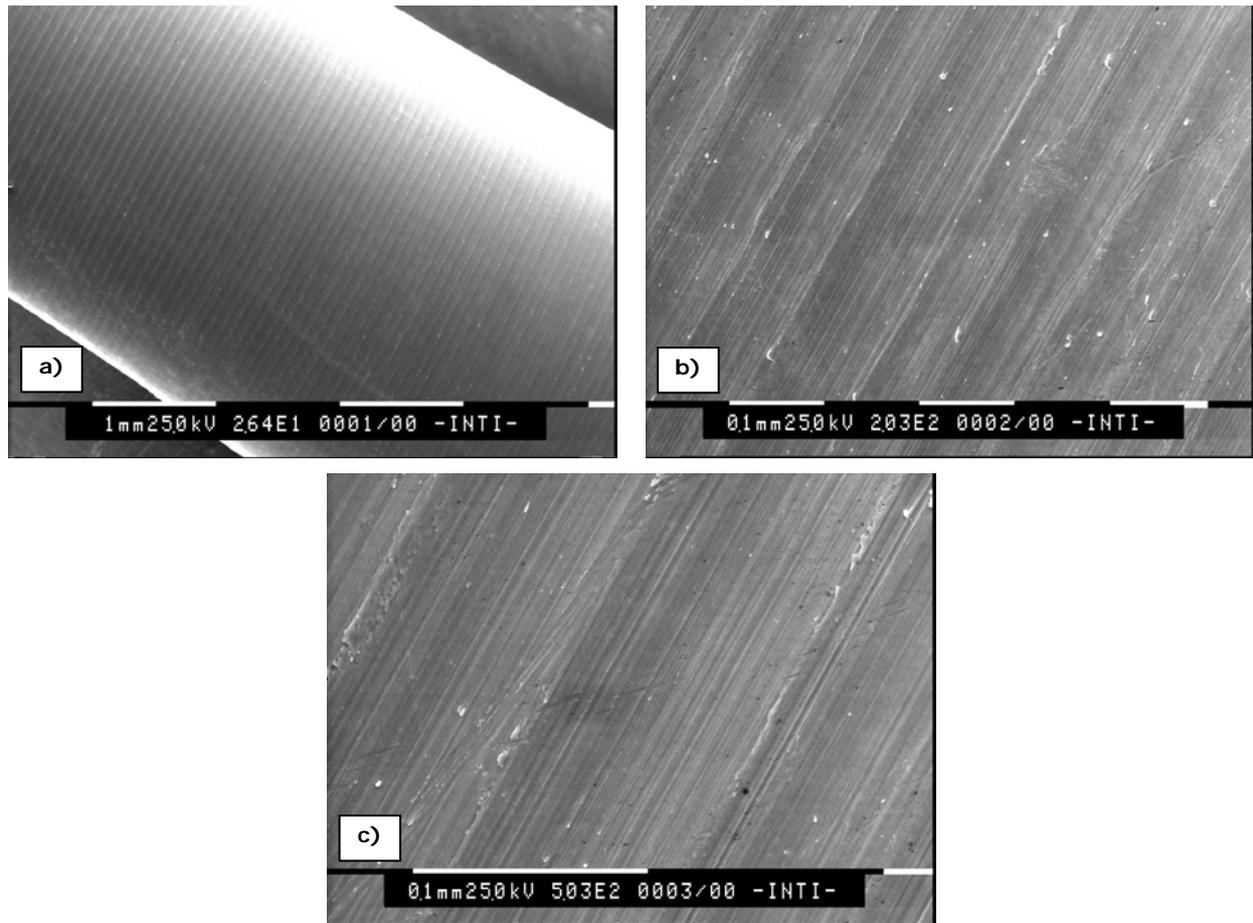


Figura 5-2. Imágenes SEM de la superficie de una probeta mecanizada. a) 26x, b) 200x, c) 500x

El tratamiento de grabado ácido introdujo modificaciones en la topografía de las probetas según se muestra en la Figura 5-3. En ellas se puede observar que el tratamiento provocó corrosión generalizada de la probeta diferenciándose zonas con un ataque más severo que en algunos generó la corrosión de bordes de grano. En las imágenes obtenidas a mayores magnificaciones (5-3c y 5-3d) es posible apreciar la presencia de microhuecos de 2-6  $\mu\text{m}$  de diámetro característicos del tratamiento de superficie de grabado ácido [31,62] y el detalle, en la Figura 5-3c, de la corrosión intergranular.

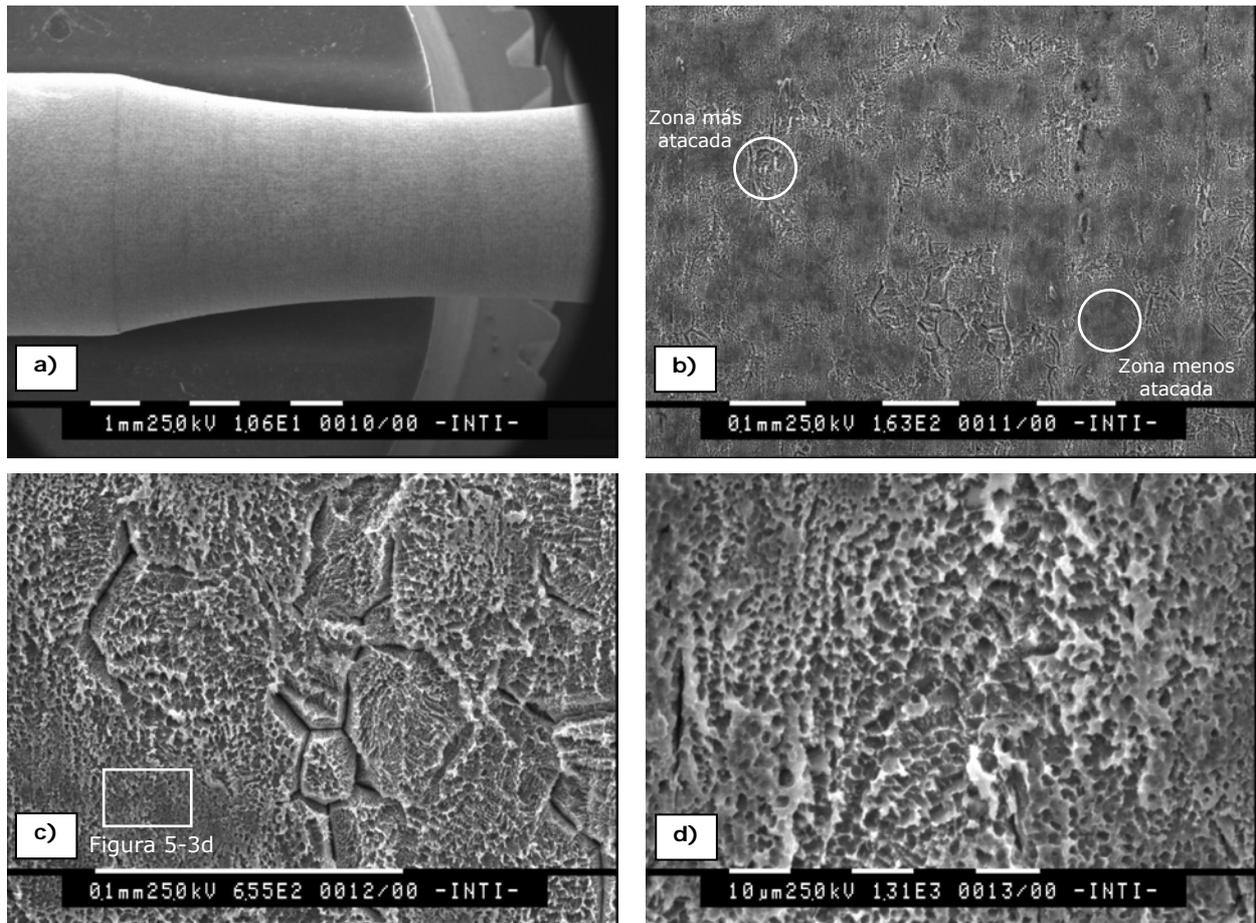
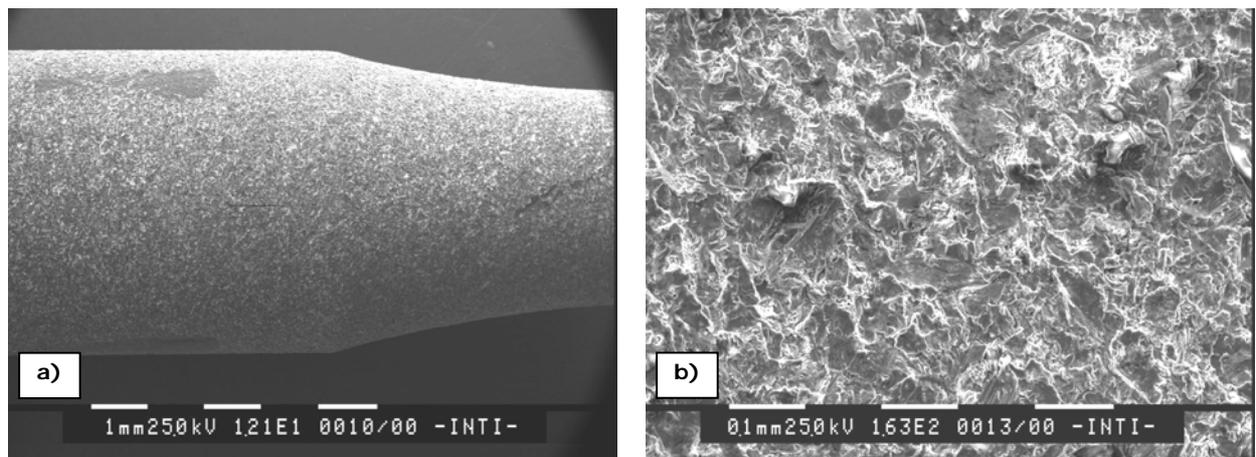


Figura 5-3. Imágenes SEM de la superficie de una probeta con grabado ácido. a) 11x, b) 160x, c) 650x, d) 1300x

Según se observa en la Figura 5-4, las probetas tratadas con blasting de  $Al_2O_3$  presentaron una superficie rugosa irregular con indicios de deformación plástica y desgarramiento de material. Las irregularidades generadas presentaron una distribución al azar.



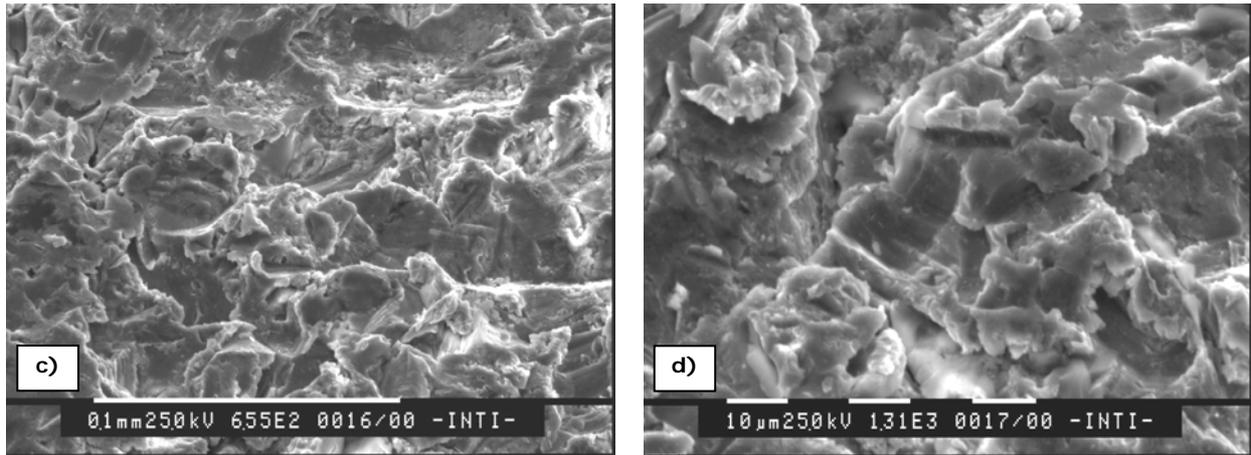
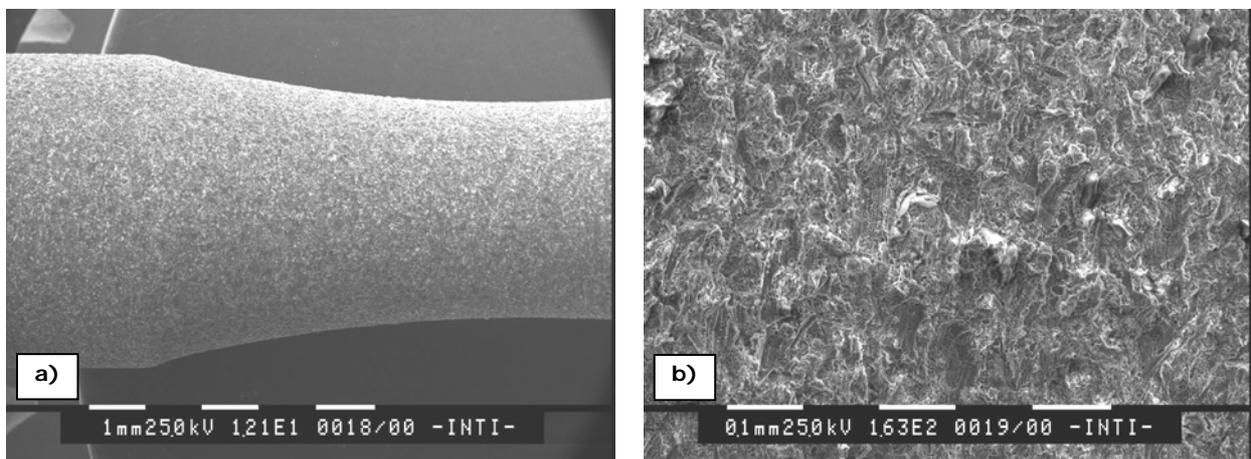
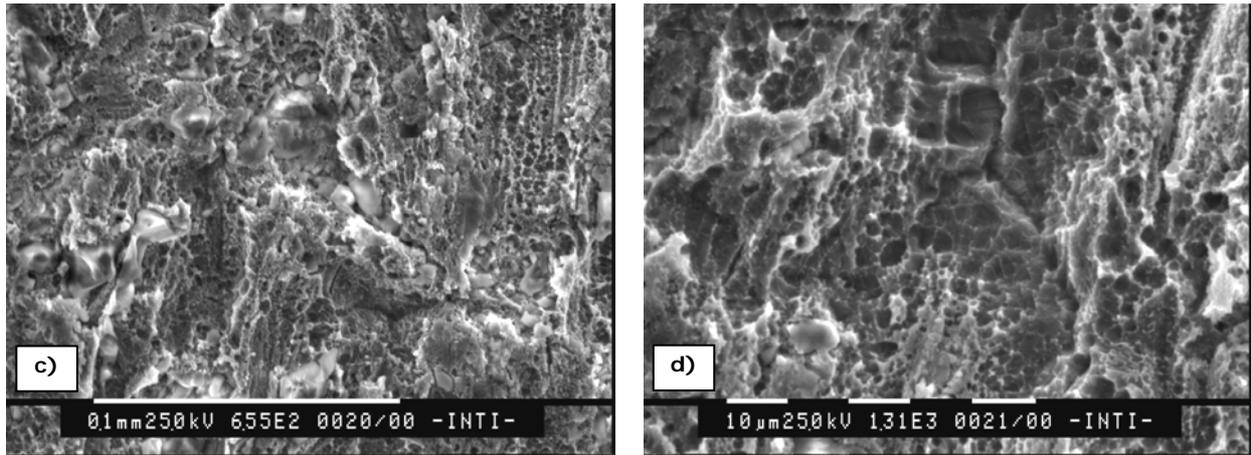


Figura 5-4. Imágenes SEM de la superficie de una probeta con blasting. a) 12x, b) 160x, c) 650x, d) 1300x

Respecto a la topografía producida por el tratamiento dual de blasting más grabado ácido, la Figura 5-5 evidencia una superficie rugosa, con la presencia de dos escalas de rugosidad diferentes. A pocos aumentos, las imágenes SEM revelan la presencia de irregularidades semejantes a las observadas para las probetas con blasting, mientras que a mayores magnificaciones, se aprecian los microhuecos característicos del grabado ácido. En este sentido, se destaca que la distribución de los microhuecos fue homogénea en toda la superficie y que no se diferenciaron zonas con ataque severo y bordes de grano corroídos como en el caso del ataque ácido.





**Figura 5-5.** Imágenes SEM de la superficie de una probeta con blasting + ataque ácido. a) 12x, b) 160, c) 650x, d) 1300x

### Rugosidad

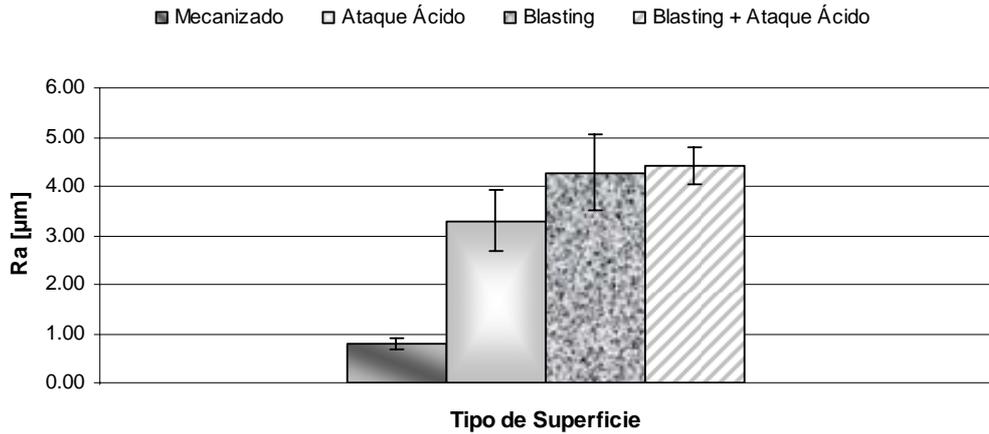
Los resultados de las mediciones de rugosidad se exponen en la Tabla 5-I. Además de los promedios de los parámetros Ra, Rt y Sm obtenidos, se agrega el Desvío Estándar (DS) de las mediciones para cada condición superficial.

**Tabla 5-I.** Valores de rugosidad

Tipo de superficie	Ra ± DS [μm]	Rt ± DS [μm]	Sm ± DS [μm]
Mecanizada	0,79 ± 0,10	5,95 ± 0,61	59,25 ± 10,44
Grabado Ácido	3,30 ± 0,63	24,0 ± 3,78	102,9 ± 20,01
Blasting	4,28 ± 0,78	32,2 ± 4,42	95,8 ± 12,17
Blasting + Grabado Ácido	4,42 ± 0,37	35,0 ± 5,55	89,8 ± 9,36

En la Tabla 5-I se destaca el aumento generalizado de los parámetros de rugosidad producido por todos los tratamientos respecto a la condición de mecanizado. Este aumento considerable fue aproximadamente de 3 μm (~400%).

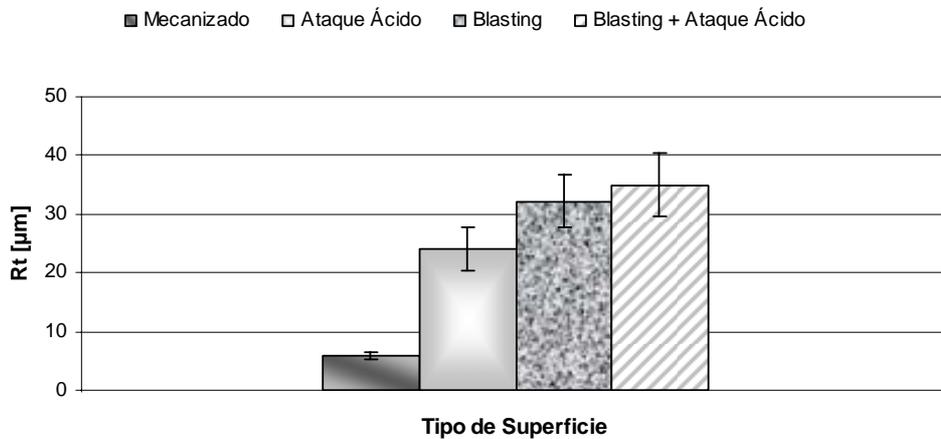
La Figura 5-6 corresponde al gráfico de la Rugosidad Media para cada tipo de superficie.



**Figura 5-6.** Valores de Rugosidad Media obtenidos para probetas mecanizadas, con ataque ácido, con blasting y con blasting + ataque ácido

El grabado ácido fue el tratamiento que menor Rugosidad Media generó, mientras que el tratamiento dual, fue el que provocó el mayor de los promedios de Ra obtenidos. Sin embargo se destaca que los valores obtenidos se encuentran en una banda de dispersión en la que no existen diferencias significativas.

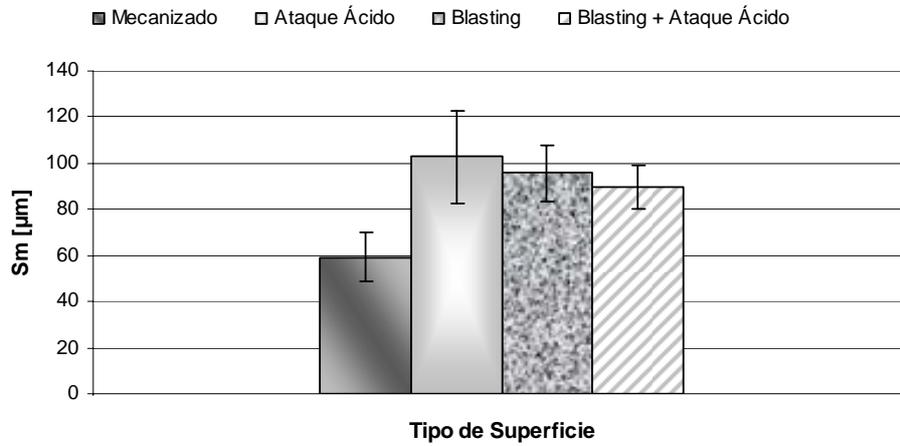
La Figura 5-7 corresponde al gráfico de la Rugosidad Total para cada tipo de superficie.



**Figura 5-7.** Valores de Rugosidad Total obtenidos para probetas mecanizadas, con ataque ácido, con blasting y con blasting + ataque ácido

Los resultados de las mediciones de Rugosidad Total muestran una tendencia semejante a los obtenidos para la Rugosidad Media. En este caso los resultados para cada tratamiento de superficie se encuentran en una banda de dispersión similar a lo observado para Ra, sin embargo el tratamiento de ataque ácido presenta un valor significativo inferior a los otros tratamientos.

La Figura 5-8 corresponde al gráfico de la Espaciado Medio de las irregularidades del perfil para cada tipo de superficie.



**Figura 5-8.** Valores de Espaciado Medio de las irregularidades del perfil obtenidos para probetas mecanizadas, con ataque ácido, con blasting y con blasting + ataque ácido

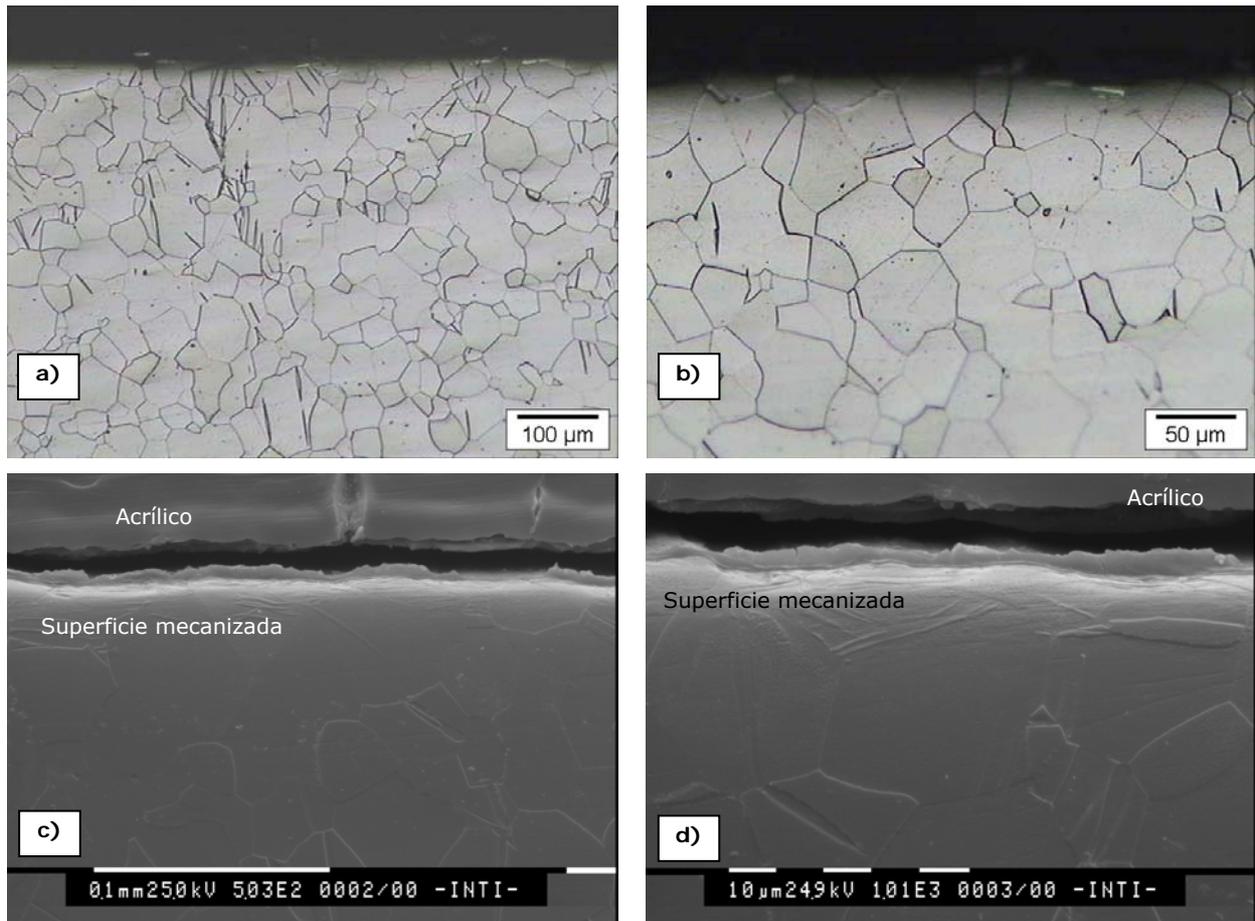
A diferencia de lo obtenido para los parámetros anteriores el tratamiento que mostró mayor Espaciado Medio fue el ataque ácido mientras que el blasting + ataque ácido fue el que provocó el valor promedio de  $S_m$  más pequeño. Sin embargo, se destaca que los valores obtenidos se encuentran en una banda de dispersión en la que no existen diferencias significativas. Finalmente, se resalta el aumento de la dispersión en los valores medidos para la condición de mecanizado.

### Análisis microestructural

Para evaluar los efectos de los tratamientos de superficie en la microestructura del material y en la generación de concentradores de tensión, se confeccionaron muestras metalográficas de secciones longitudinales de probetas de fatiga. De esta manera se pudo relevar el perfil de superficie que generaron los distintos tratamientos.

#### Mecanizado

En la Figura 5-9 se muestran imágenes OM y SEM de la microestructura del material en las cercanías de la superficie mecanizada.

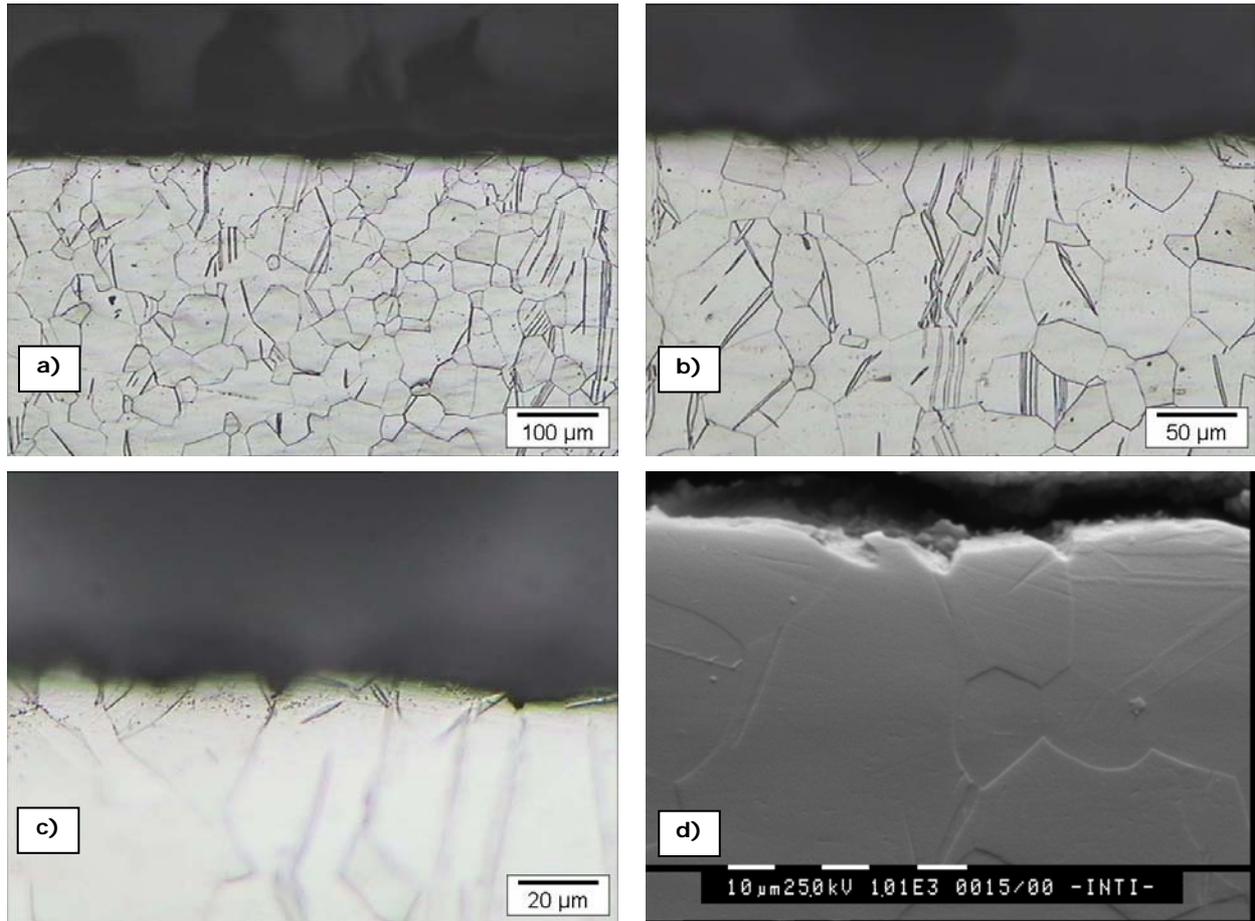


**Figura 5-9.** Imágenes OM y SEM de cortes longitudinales de probetas sin tratamiento de superficie. a) 100x, b) 200x, c) 500x, d) 1000x

En las imágenes se puede observar que el perfil la superficie mecanizada es consistente con los valores de rugosidad medidos por perfilometría. Mediante la observación microscópica no se detectó la presencia de defectos superficiales severos.

#### Grabado Ácido

En la Figura 5-10 se muestran imágenes OM y SEM de la microestructura del material en las cercanías de la superficie con grabado ácido.

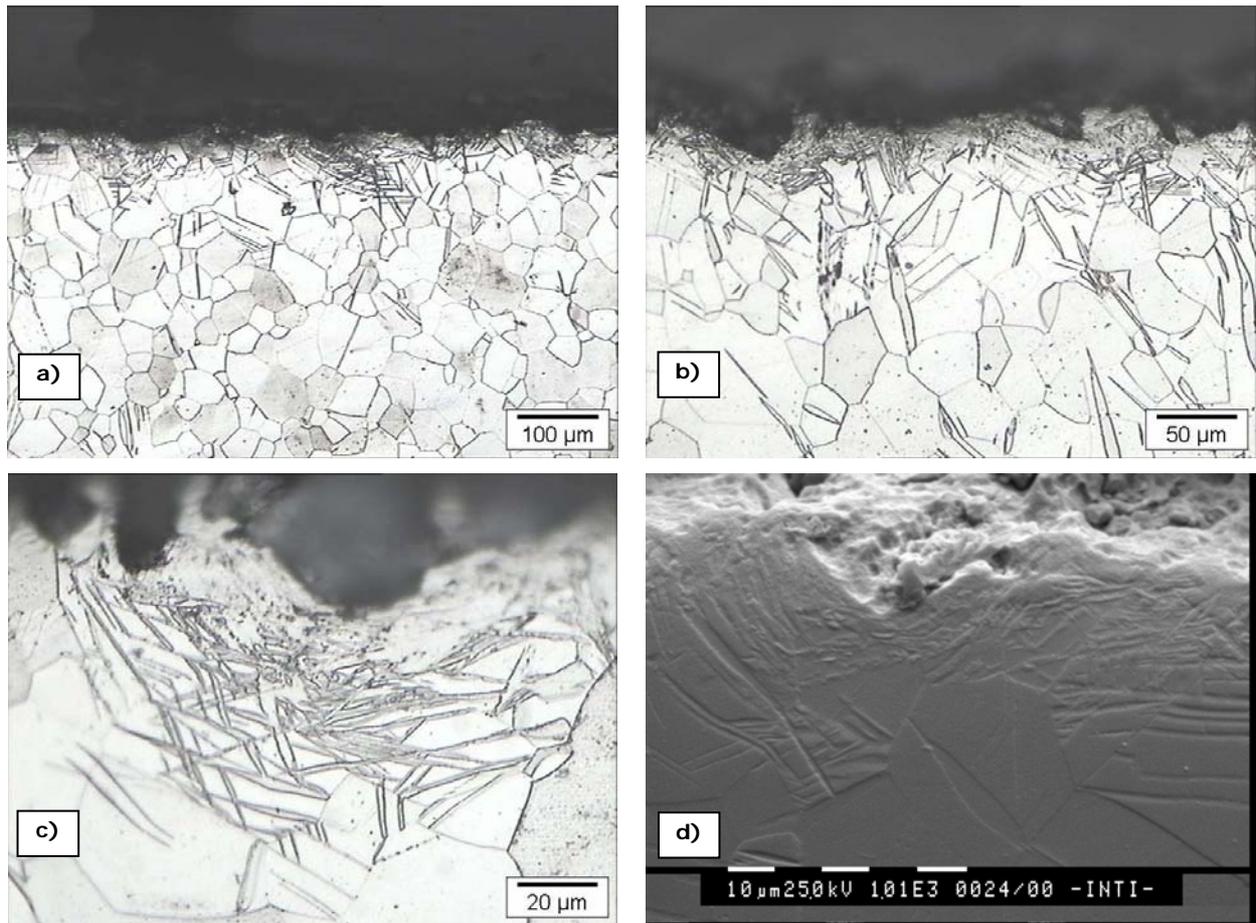


**Figura 5-10.** Imágenes OM y SEM de cortes longitudinales de probetas con tratamiento de grabado ácido. a) 100x, b) 200x, c) 500x, d) 1000x

En las imágenes anteriores se observa que el grabado ácido no modificó sustancialmente el perfil macroscópico de la superficie respecto de la condición de mecanizado. Sin embargo, a mayores aumentos se pudo comprobar que el tratamiento produjo corrosión intergranular, generando así defectos superficiales en forma de entalla cuya longitud se encuentra en el orden de los 10 μm. Estos defectos podrían actuar como concentradores de tensión.

### Blasting

En la Figura 5-11 se muestran imágenes OM y SEM de la microestructura del material en las cercanías de la superficie con blasting.



**Figura 5-11.** Imágenes OM y SEM de cortes longitudinales de probetas con tratamiento de blasting. a) 100x, b) 200x, c) 500x, d) 1000x

En las imágenes de la Figura 5-11 se evidencia la deformación plástica producida por el tratamiento de blasting a lo largo de toda la superficie. Por debajo de esta zona, se aprecia la presencia de maclas de deformación características de este tipo de materiales [35]. La zona de deformación severa mantuvo su espesor constante (entre 10 y 20  $\mu\text{m}$ ) a lo largo de toda la superficie tratada.

Se pueden observar defectos superficiales en forma de entalla que estarían asociados a los cantos vivos de las partículas de alúmina cuyas dimensiones son mayores (decenas de micrones) a las observadas para el tratamiento de ataque ácido y consistentes con el tamaño de las partículas empleadas (425-600  $\mu\text{m}$ ). En la Figura 5-12 se muestra el detalle de una partícula incrustada y el espectro correspondiente al análisis semicuantitativo de composición química por EDS. El espectro de la Figura 5-12b revela que la partícula posee aluminio, por lo que la misma correspondería a una partícula de alúmina empleada en el proceso de blasting. La presencia de oro en el espectro esta asociada al recubrimiento utilizado para la preparación de la probeta antes de la observación.

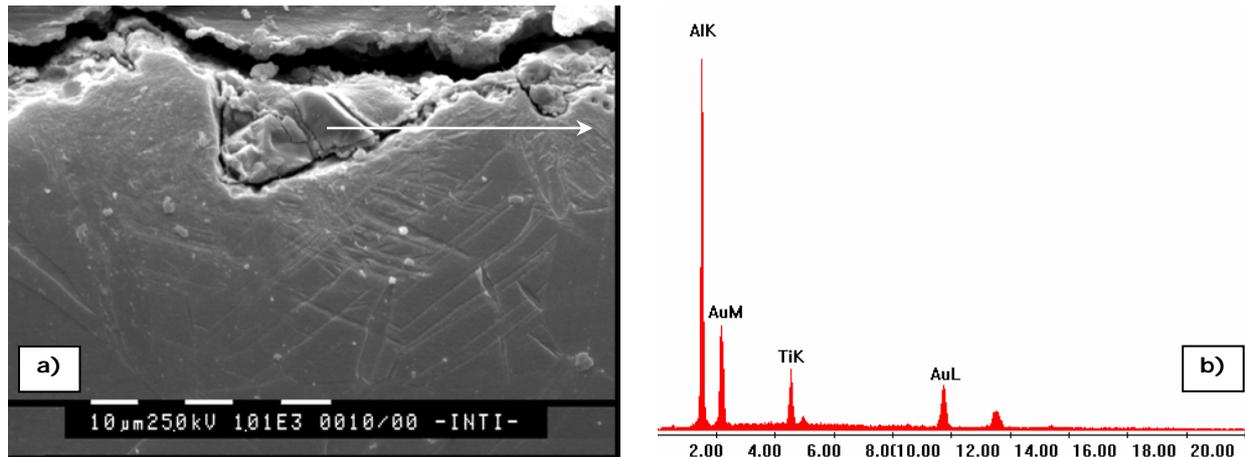


Figura 5-12. a) Imagen SEM de un corte longitudinal de una probeta de fatiga con una partícula de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  incrustada, b) espectro EDS de la partícula

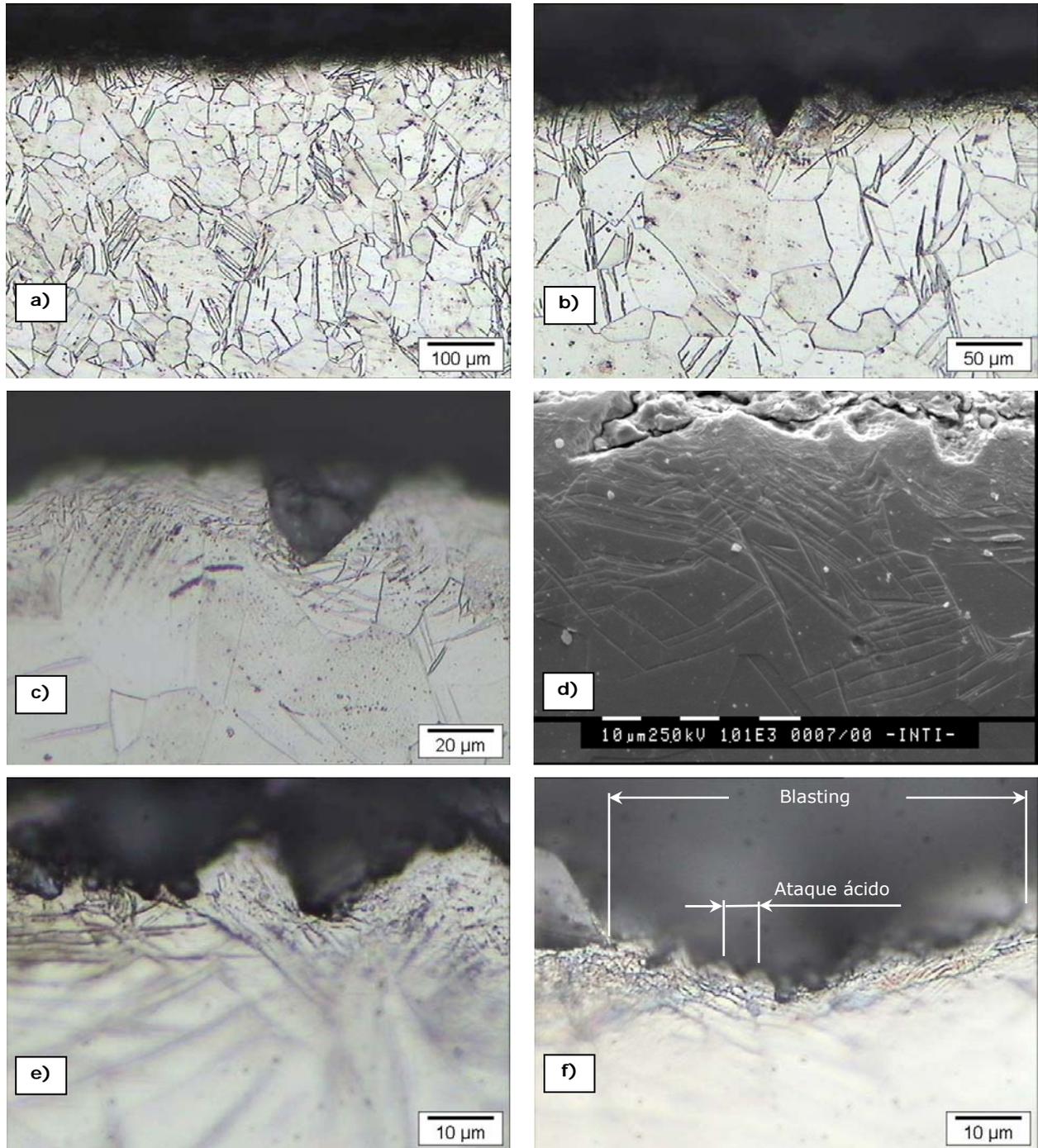
Estos defectos superficiales podrían actuar como concentradores de tensión, siendo desde el punto de vista geométrico, menos severos a los detectados en las probetas con ataque ácido. En este sentido, considerando los defectos semielípticos, se destaca que los generados por blasting presentaron una relación  $a/b$  (profundidad/semiancho) de  $\sim 1,6$ , mientras que los producidos por el ataque ácido  $\sim 3,4$ . En la Tabla 5-II se presentan los valores de las mediciones a partir de las cuales se obtuvieron los valores promedio de la relación de aspecto  $a/b$  para cada defecto.

Tabla 5-II. Relación de aspecto  $a/b$  de los defectos generados por el ataque ácido y el blasting

Superficie	$b$ - Semiancho [ $\mu\text{m}$ ]	$a$ - Profundidad [ $\mu\text{m}$ ]	$a/b$	Promedio
Ataque ácido	3	12	4.000	3,4
	4	12	3.000	
	6	10	1.667	
	4,5	10	2.222	
	6	18	3.000	
	7,5	36	4.800	
	4,5	30	6.667	
	3,5	11	3.143	
	3	10	3.333	
	6	12	2.000	
Blasting	20	30	1.500	1,6
	20	30	1.500	
	15	30	2.000	
	25	25	1.000	
	15	20	1.333	
	27,5	25	0.909	
	27,5	30	1.091	
	15	30	2.000	
	15	30	2.000	
	12,5	30	2.400	

Blasting + Grabado Ácido

En la Figura 5-13 se muestran imágenes OM y SEM de la microestructura del material en las cercanías de la superficie con blasting + grabado ácido.



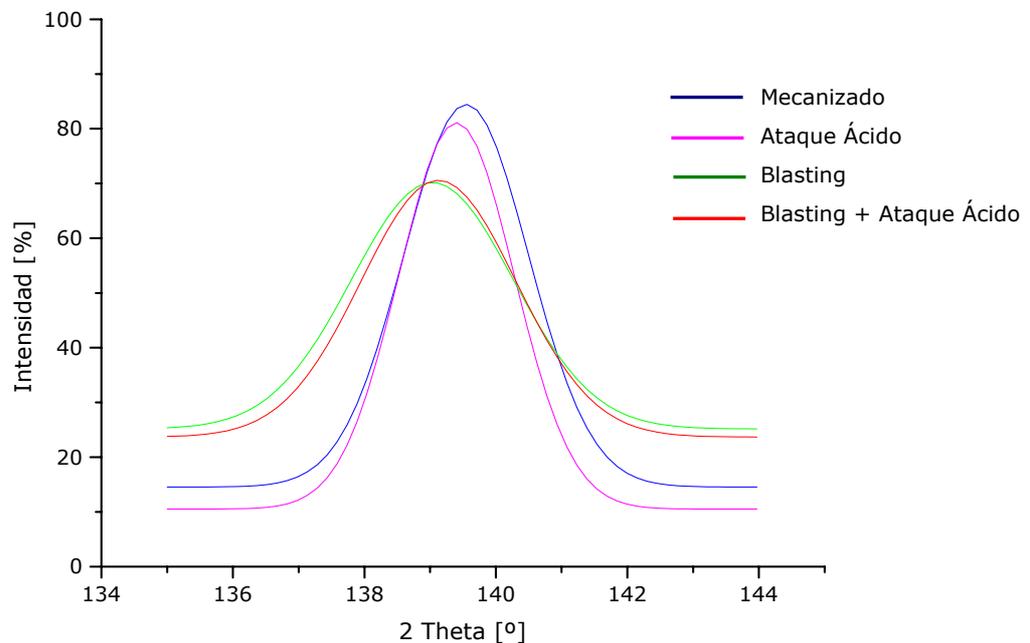
**Figura 5-13.** Imágenes OM y SEM de cortes longitudinales de probetas con tratamiento de blasting + ataque ácido. a) 100x, b) 200x, c) 500x, d) 1000x, e) 1000x, f) 1000x

Las imágenes de la Figura 5-13 reflejan que el perfil macroscópico generado por el tratamiento dual (blasting + grabado ácido) es semejante al producido por el blasting. En

este sentido, se evidencia una zona de deformación plástica que se mantiene relativamente constante a lo largo de toda la superficie tratada, y la presencia de defectos superficiales en forma de entalla. Sin embargo a mayores aumentos se diferencian los microhuecos producidos por el ataque ácido que también podrían constituirse en concentradores de tensión adicionales. Cabe destacar, que la distribución de los microhuecos fue homogénea en toda la superficie, sin detectarse zonas con ataque diferenciado ni corrosión intergranular significativa.

### Tensiones residuales

En la Figura 5-14 se observan los difractogramas obtenidos para cada una de las condiciones analizadas alrededor de ángulo  $2\theta = 139,5^\circ$ .



**Figura 5-14.** Difractogramas obtenidos para las superficies mecanizada, con ataque ácido, con blasting y con blasting + ataque ácido

En el gráfico de la Figura 5-14 se observa que el pico de referencia (Mecanizado) corresponde al ángulo  $2\theta = 139,5^\circ$ , consistente con lo esperado para el material sin tratamiento [63].

El ataque ácido no presentó diferencias significativas respecto de la condición de mecanizado. Sin embargo, cabe destacar que se observa una leve disminución del ancho del pico de difracción. Por otro lado entre ambos tratamientos con blasting no hubo diferencias apreciables. Éstos, presentaron un corrimiento hacia bajo ángulo lo que se asocia a la existencia de tensiones residuales compresivas. Dicho corrimiento fue semejante para ambos tratamientos. A su vez se observó un ensanchamiento y disminución de la intensidad para el pico mencionado. Dicho ensanchamiento de pico

estaría vinculado con la presencia de microtensiones residuales, mientras que la disminución de intensidad daría cuenta de un efecto de texturado. Finalmente se destaca que el tratamiento de ataque ácido posterior al blasting no produjo modificaciones adicionales.

# CAPÍTULO 6

R  
E  
S  
U  
L  
T  
A  
D  
O  
S  
  
E  
T  
A  
P  
A  
  
III

## RESULTADOS ETAPA III – 6

### ETAPA III - ENSAYOS DE FATIGA Y CARACTERIZACIÓN DE PROBETAS ENSAYADAS

#### Ensayos de fatiga por flexión rotativa

La Figura 6-1 muestra el gráfico  $\sigma_a-N_f$  para cada condición superficial. Se indica en cada caso el valor de  $R^2$  correspondiente a la correlación del ajuste con la ecuación de Basquin.

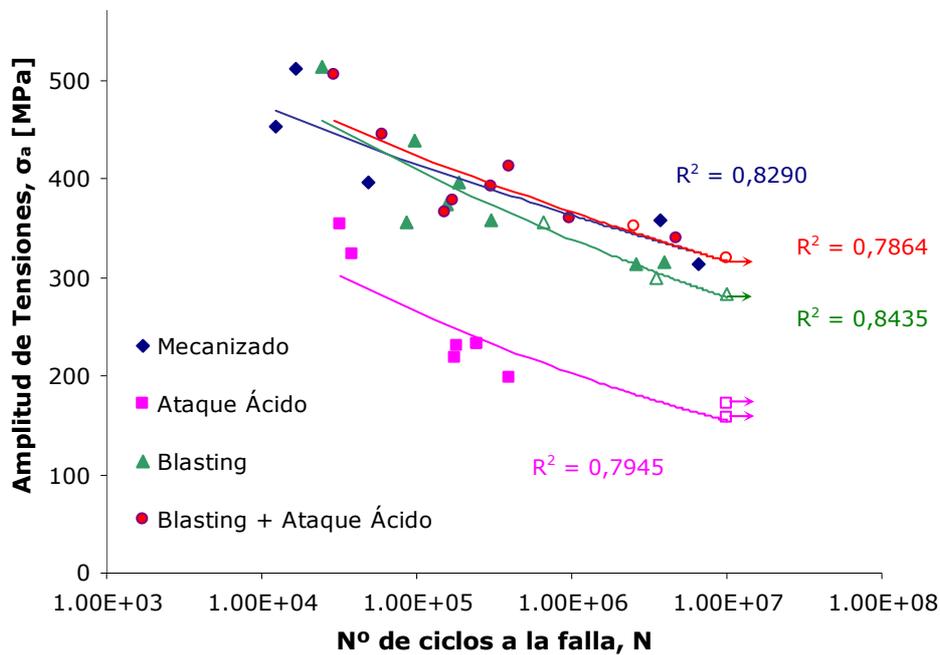


Figura 6-1. Gráfico  $\sigma_a-N_f$

Los valores obtenidos para la configuración de referencia (probetas mecanizadas) son consistentes con lo reportado en la bibliografía [34,39].

En la Figura 6-1 se puede observar la disminución sensible de la resistencia a la fatiga de las probetas con grabado ácido. Esta disminución es del orden de 150 MPa, manteniéndose en todo el intervalo analizado. En términos de vida a la fatiga, para una dada amplitud de tensiones, la disminución del número de ciclos a la falla es de alrededor de 2 órdenes de magnitud.

Por otro lado los tratamientos de blasting y blasting + ataque ácido no presentaron grandes variaciones respecto a la condición de referencia obteniéndose valores que se encuentran dentro de una banda de dispersión lógica para este tipo de ensayo. Sin embargo, los resultados obtenidos para el tratamiento de blasting + ataque ácido muestran una tendencia a ser levemente superiores a los correspondientes al blasting.

A partir de estos resultados se pudieron obtener las constantes de la ecuación de Basquin para cada condición.

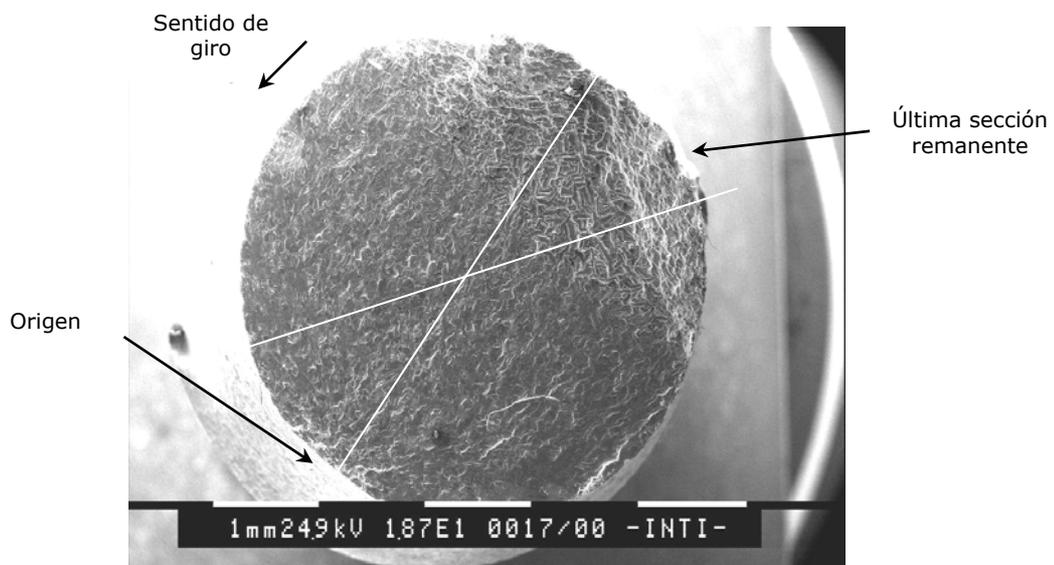
Superficie Mecanizada:	$N_f \sigma_a^{17,15} = 7,9 \times 10^{49}$
Superficie con ataque ácido:	$N_f \sigma_a^{8,278} = 7,8 \times 10^{24}$
Superficie con blasting:	$N_f \sigma_a^{12,09} = 3,8 \times 10^{36}$
Superficie con blasting + ataque ácido:	$N_f \sigma_a^{15,75} = 2,3 \times 10^{46}$

### Caracterización de probetas ensayadas

#### **Superficies de fractura**

##### Localización del inicio

En la Figura 6-2 se puede observar la superficie de fractura de una probeta ensayada.

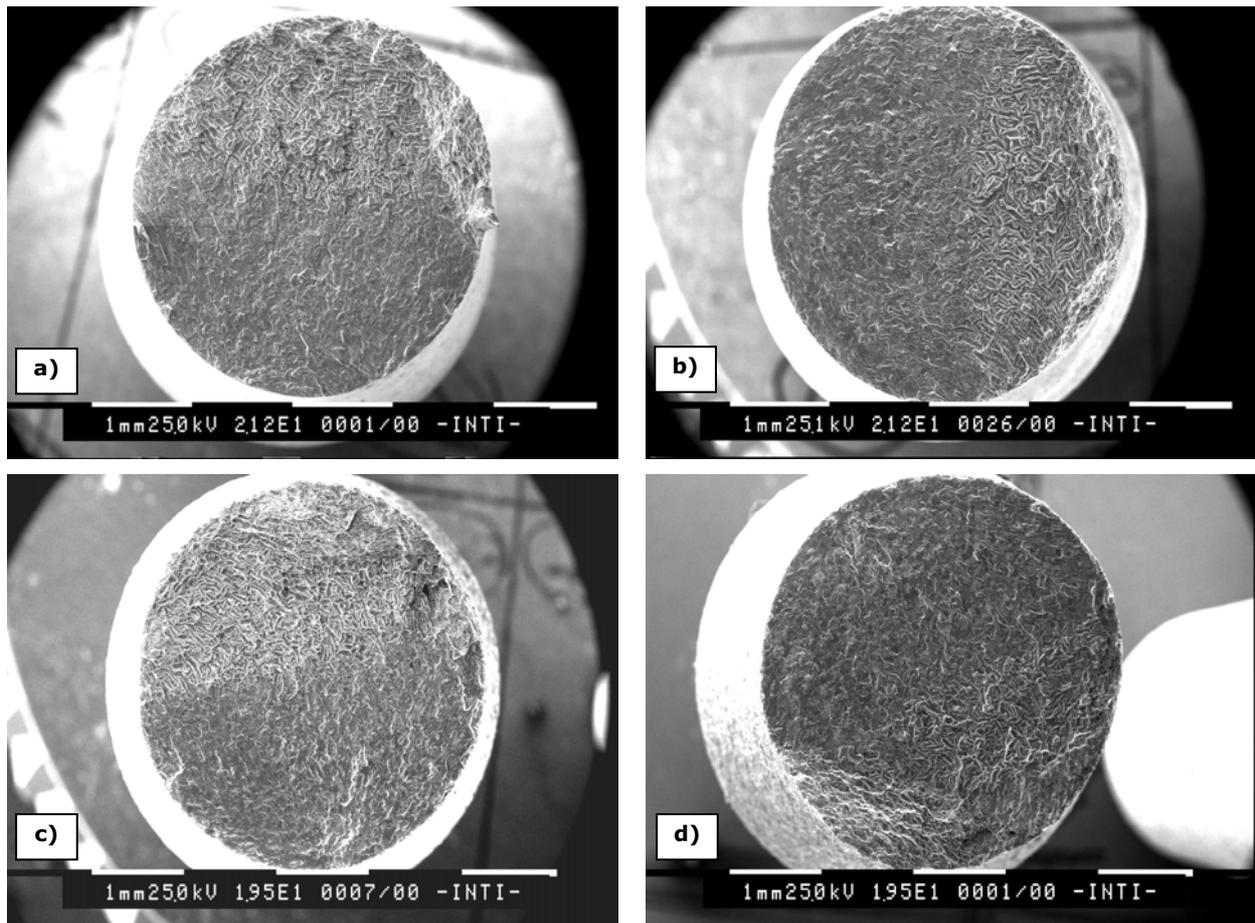


**Figura 6-2.** Superficie de fractura de una probeta ensayada

En la figura se puede ver indicada la ubicación del sitio de inicio y la zona correspondiente a la última sección remanente. Además, se observa que el diámetro correspondiente a esta última zona se encuentra girado respecto del diámetro correspondiente al inicio. Esta observación junto con el sentido de este desplazamiento angular respecto al sentido de giro de la probeta es consistente con lo reportado en la literatura para fatiga por flexión rotativa [38].

##### Características topográficas

En la Figura 6-3 se muestran imágenes de cuatro superficies de fractura correspondientes a las distintas condiciones superficiales estudiadas.



**Figura 6-3.** Superficies de fractura de probetas ensayadas. a) Mecanizada, b) con ataque ácido, c) con blasting, d) con blasting + ataque ácido

En todos los casos se observaron mecanismos de propagación semejantes, pudiéndose identificar dos zonas con características diferentes asociadas a las etapas de crecimiento estable por fatiga y de propagación inestable, respectivamente. A su vez, dentro de cada zona se pudieron distinguir regiones con topografías distintas, la cuales se muestran en la Figura 6-4 de modo esquemático.

El tamaño relativo de las zonas de propagación estable e inestable estuvo asociado a la amplitud de tensiones utilizada durante cada ensayo. El tamaño de la zona de propagación inestable fue disminuyendo a medida que la amplitud de tensiones descendía. Este hecho es consistente con los resultados esperados, ya que, a medida que la tensión aplicada disminuye, la sección para la cual se produce la rotura inestable es más pequeña y por lo tanto, la fisura puede propagarse en forma subcrítica hasta que la sección resistente (o la fisura) alcanza el valor crítico [38].

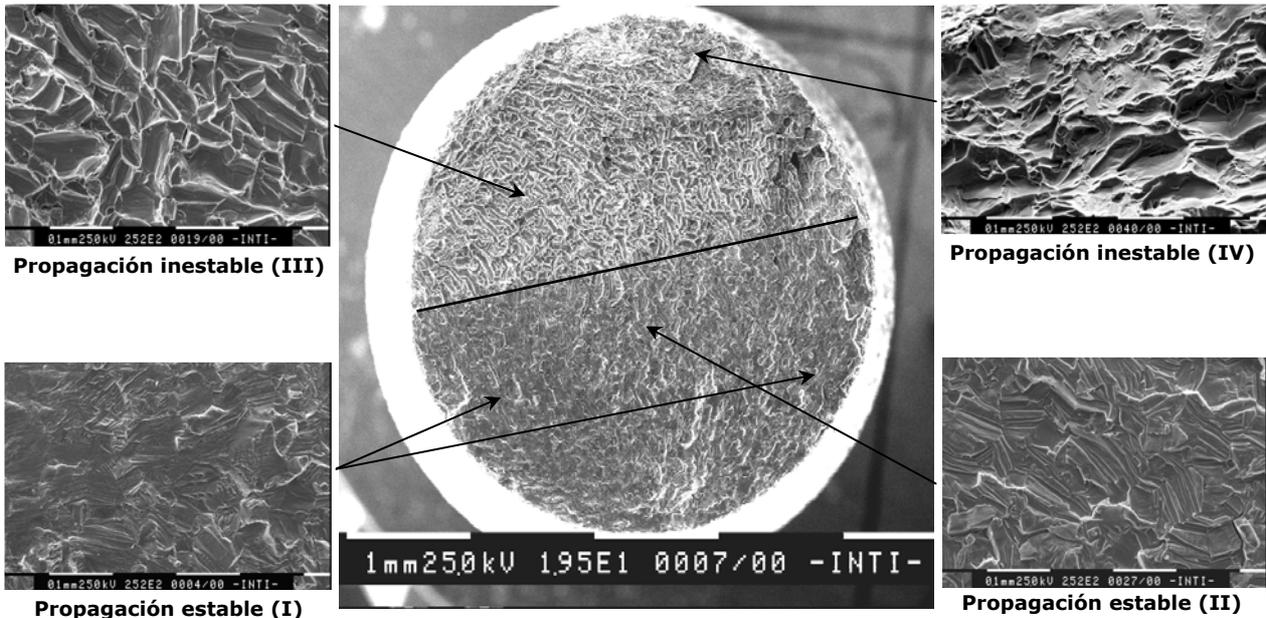


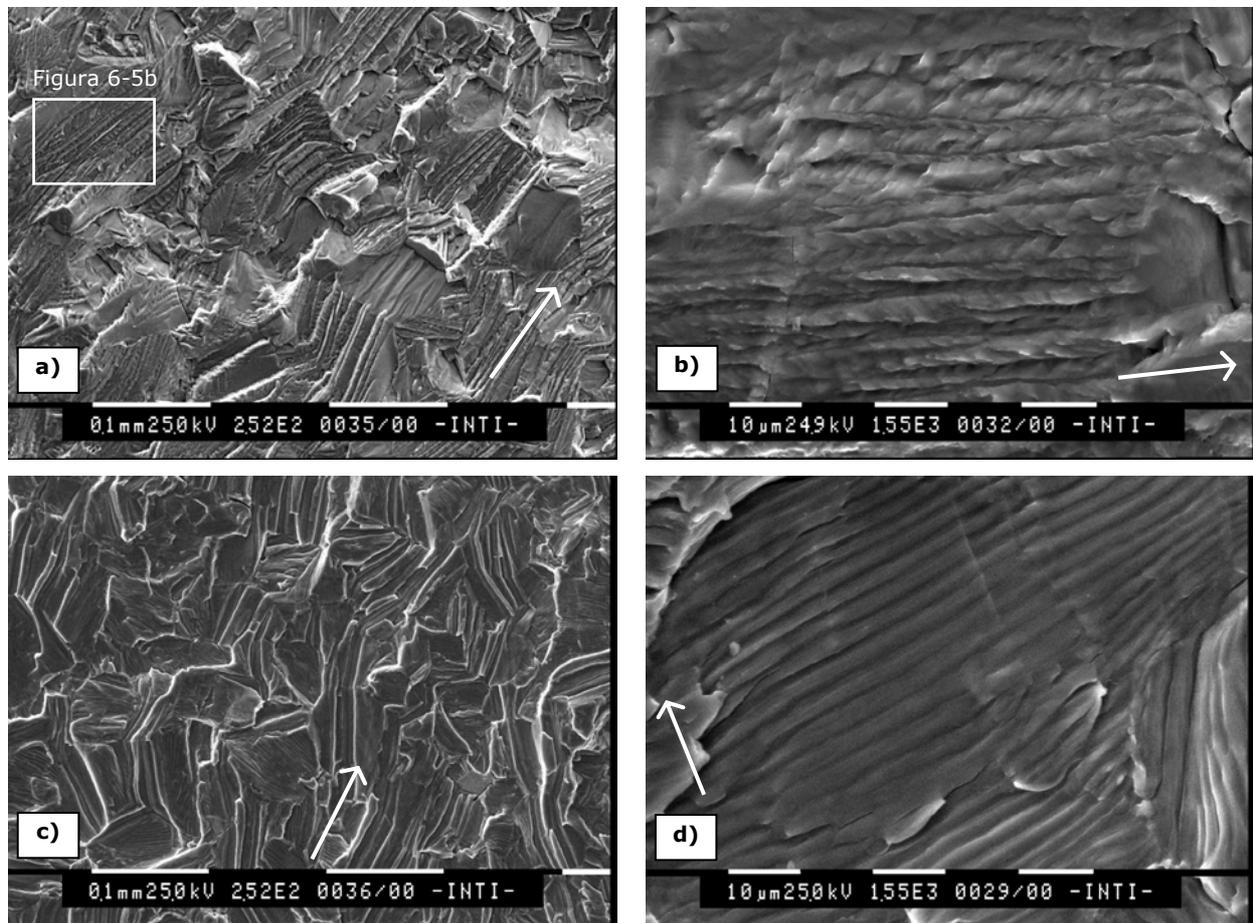
Figura 6-4. Regiones de las superficies de fractura

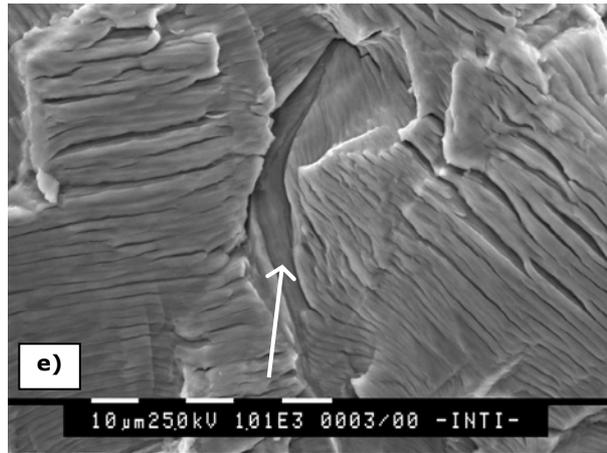
Luego de la observación de las superficies de fractura de las probetas ensayadas se han detectado cuatro regiones con las siguientes características:

- Propagación estable (I): esta región se detectó generalmente en el sector cercano a la superficie libre de la probeta.
- Propagación estable (II): esta región evidenció las características típicas de la propagación dúctil de fisuras por fatiga. Se encontró fundamentalmente hacia el centro de la probeta.
- Propagación inestable (III): corresponde a la primera parte de la propagación inestable. Se extiende desde la zona de propagación estable y en el mismo plano que el frente de propagación subcrítica.
- Propagación inestable (IV): corresponde a la última sección remanente de la probeta. Se encuentra rodeando la región (III) y se extiende hasta la superficie libre de la probeta en un plano a aproximadamente  $45^\circ$  de la zona de propagación estable.

En la Figura 6-5 se muestran fractografías de las regiones asociadas a la propagación estable (I) y (II). En ellas es posible apreciar la influencia de la orientación del grano en el mecanismo de propagación de fisuras. Las imágenes que se observan en las Figuras 6-5a y 6-5b se corresponden con la región I. En la primera, se evidencia la presencia predominante de surcos que atraviesan los granos, cambiando levemente su dirección grano a grano, pero orientados prácticamente paralelos a la dirección de propagación. En otros granos, en cambio, la propagación generó superficies planas y lisas en algunas de las cuales, a grandes aumentos, pudieron distinguirse pequeñas estriaciones. En la Figura 6-5b

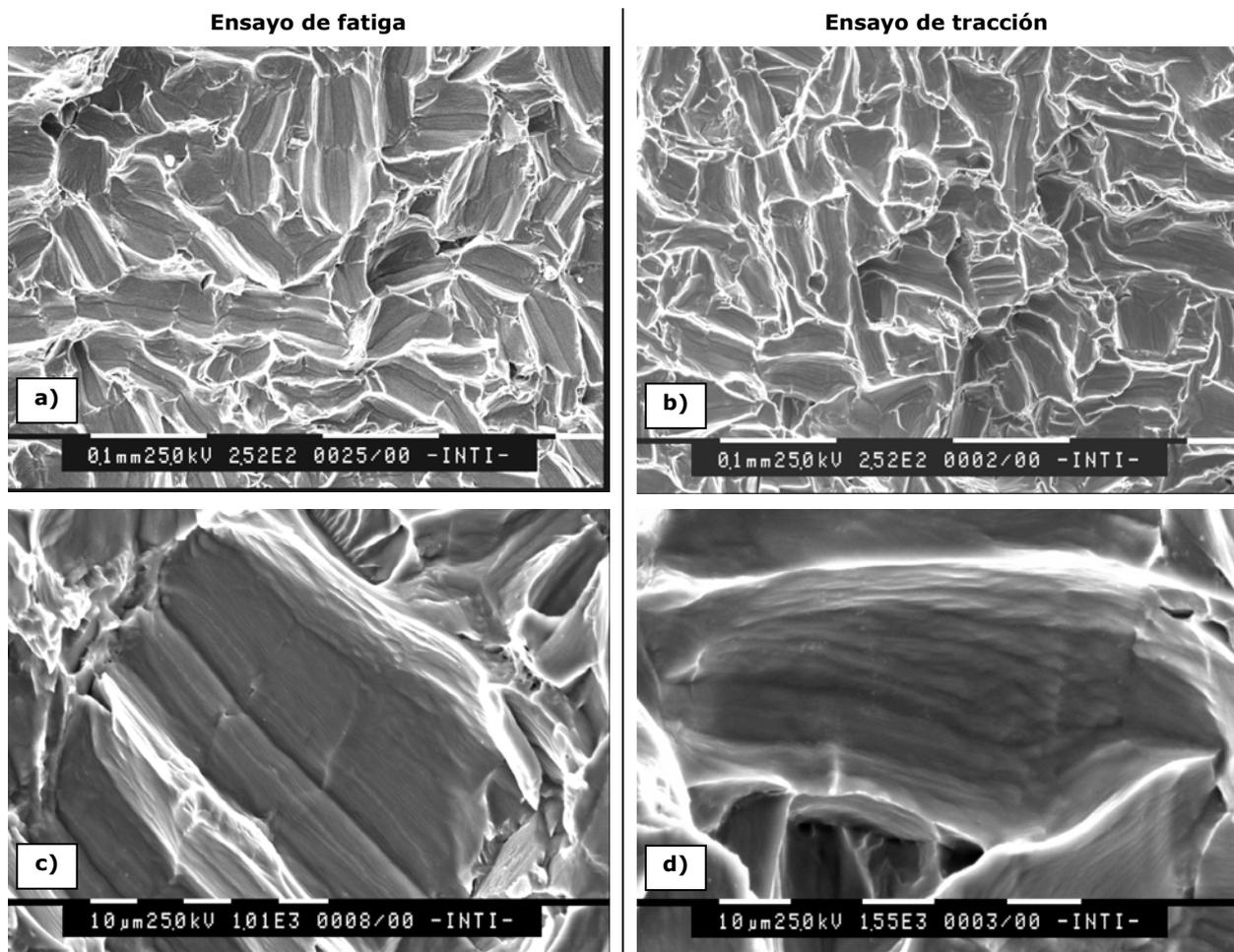
se muestra el detalle de los surcos, los cuales a mayor aumento, tienen la apariencia de estrías irregulares en concordancia con la bibliografía [47]. En la Figura 6-5c se observa una imagen de la superficie de fractura asociada a la región II. En esta región, la presencia de los surcos paralelos a la dirección de propagación también fue predominante, los cuales además, se encontraron más separados y definidos que en la región I. Asimismo, pudo diferenciarse mayor cantidad de estriaciones dúctiles convencionales, con espaciados que aumentaban en el sentido de avance del frente de propagación (Figura 6-5d). Este resultado es consistente con una velocidad de propagación del orden de micrones por ciclo reportada en la bibliografía para la Etapa II [35]. Además, se detectó la presencia de estrías irregulares, definidas en la bibliografía como 'fissures' (cuarteado) [47], y cuya imagen se muestra en la Figura 6-5e.





**Figura 6-5.** Imágenes SEM de la propagación subcrítica de fisuras. a) Surcos en la dirección de propagación en región I 250x, b) detalle de los surcos 1500x, c) surcos orientados en la dirección de propagación y estrías perpendiculares a ésta, en región II 250x, d) detalle de las estrías características de una propagación dúctil en región II 1500x, e) detalle de las estrías irregulares del tipo "fissures" en región II 1000x

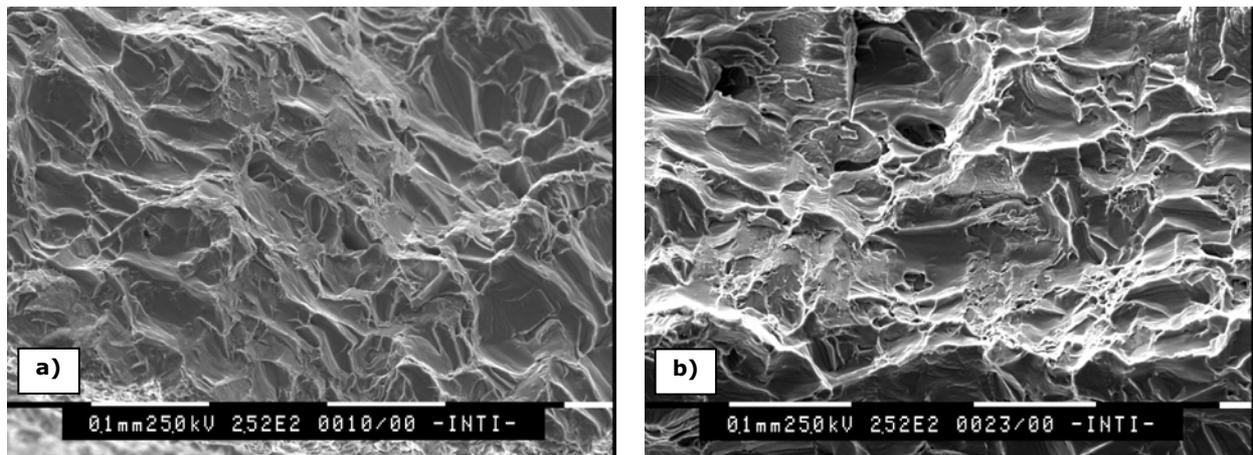
En la Figura 6-6 se muestran fractografías de la región asociada a la propagación inestable (III) y se comparan con aquellas obtenidas de la superficie de fractura de la probeta de tracción.



**Figura 6-6.** Comparación de la zona de fractura inestable (Ensayo de fatiga) con la zona de fractura plana (Ensayo de tracción). Ensayo de fatiga: a) 250x y c) 1000x. Ensayo de tracción: b) 250x y d) 1500x

En las imágenes de la Figura 6-6 se puede observar la semejanza que existe entre ambas zonas. En este sentido se puede inferir que el mecanismo de propagación correspondiente a la primera parte de la propagación inestable está asociado a una fractura por tracción.

En la Figura 6-7 se muestran fractografías de la región asociada a la propagación inestable (IV).

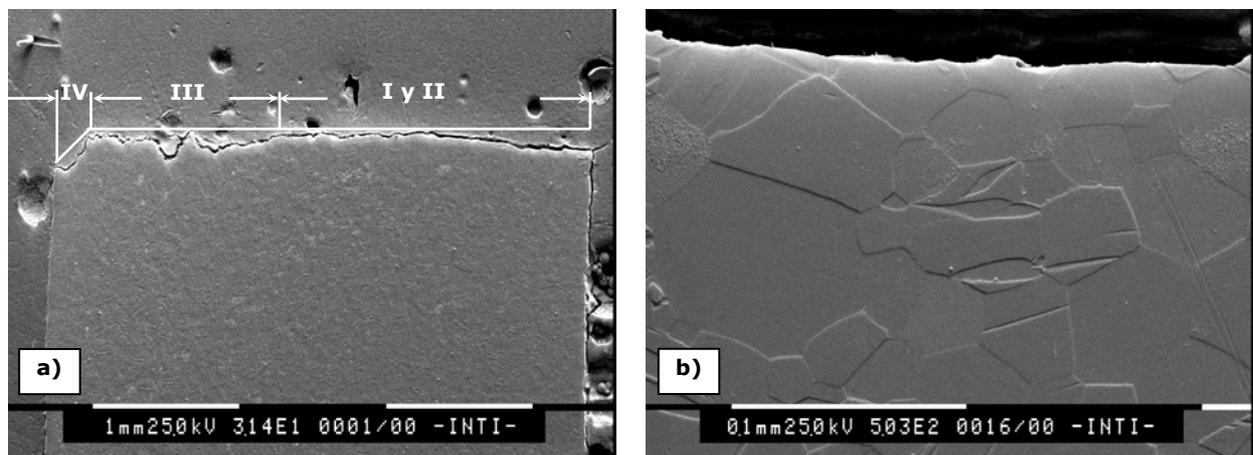


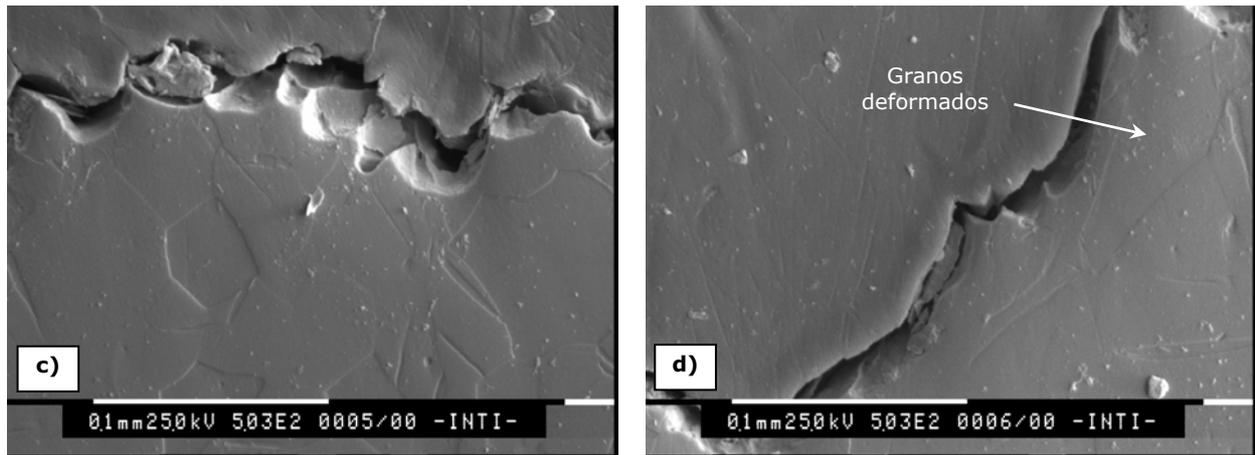
**Figura 6-7.** Imágenes SEM de la región de propagación inestable (IV). a) y b) 250x

A partir de la observación de las imágenes, la sección remanente de la superficie estaría asociada a un modo de fractura por corte a 45° respecto del plano de propagación subcrítica.

#### Modo de propagación de la fisura

En la Figura 6-8 se muestran cortes longitudinales de las superficies de fractura a fin de evidenciar el modo de propagación de las fisuras en las distintas zonas.





**Figura 6-8.** Corte longitudinal de superficies de fractura. a) Vista general, b) Propagación estable, c) Propagación inestable (III), d) Propagación inestable (IV)

La observación de los cortes longitudinales evidenció que tanto la propagación estable como la propagación inestable fue transgranular. Además, en la Figura 6-8a, se muestra esquemáticamente, el perfil de cada una de las distintas zonas registradas, dejando en evidencia que la región III se encuentra en el mismo plano que la zona de propagación estable (I y II) y que la región IV yace en un plano orientado a aproximadamente 45° grados respecto de este último. En esta última región se pudo apreciar la presencia de granos deformados, fortaleciendo la idea de una rotura por corte.

## Nucleación de fisuras por fatiga

### Concentradores de tensión

Los cortes longitudinales de las superficies de las probetas ensayadas revelaron que los defectos superficiales actuaron como sitios preferenciales para la nucleación de fisuras desde la superficie. Las probetas con grabado ácido mostraron mayor cantidad de fisuras no propagadas, de mayor longitud, y distribuidas a lo largo de la sección calibrada. Para el caso de blasting, blasting + ataque ácido y mecanizado se detectó poca cantidad de fisuras aun en aquellas probetas que se ensayaron con altos niveles de carga.

### Mecanizado

En la Figura 6-9 se observan imágenes de fisuras originadas en probetas mecanizadas.

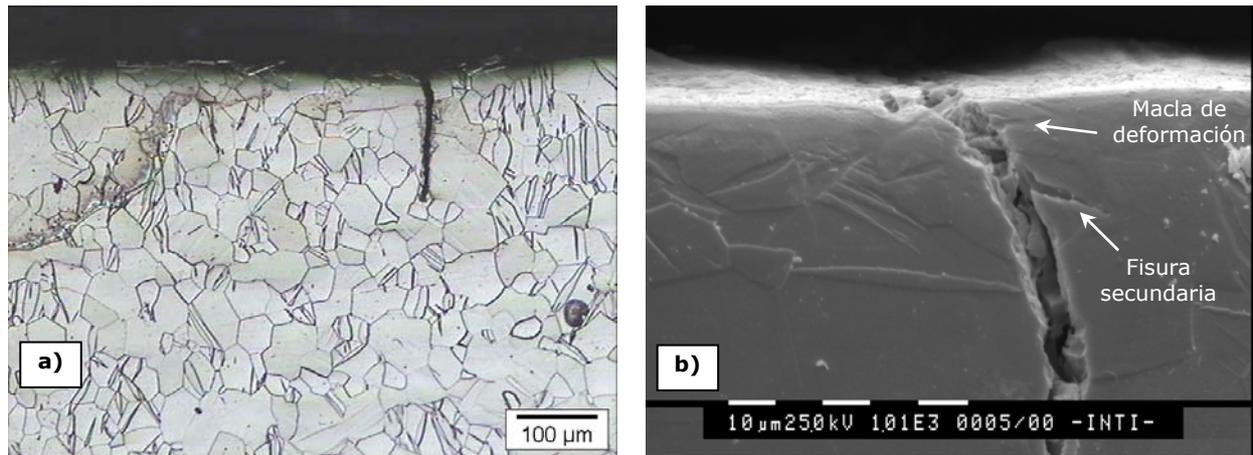
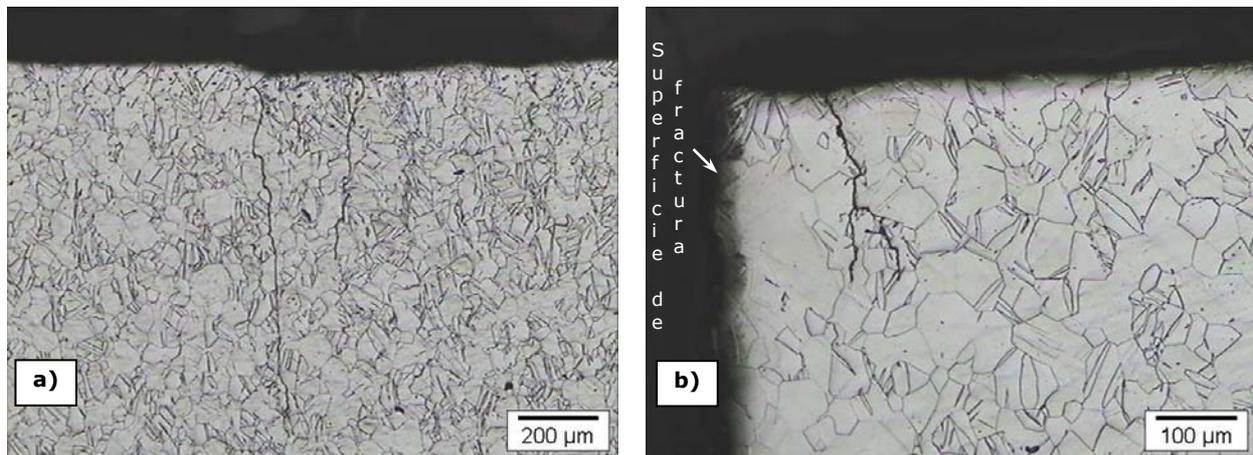


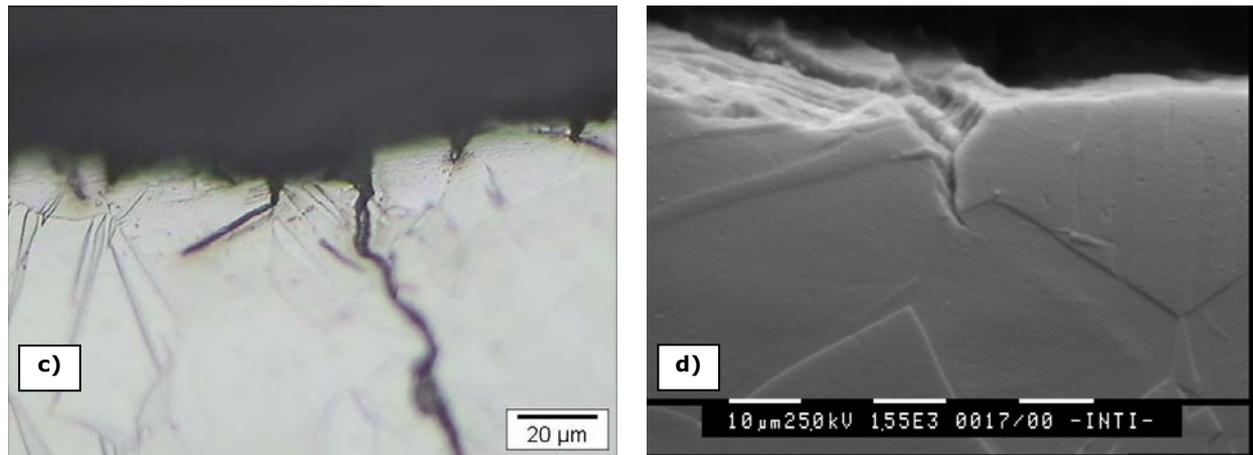
Figura 6-9. Imágenes OM y SEM de fisuras en probetas mecanizadas. a) 100x, b) y c) 1000x

Las fisuras detectadas nuclearon desde una superficie lisa, sin defectos superficiales severos. En este sentido, se puede interpretar que las fisuras se habrían iniciado a través de los mecanismos de nucleación vinculados con la concentración de deformaciones y el deslizamiento cíclico, descritos en el Capítulo 2 [44,45]. Además, asociadas a estas fisuras, se detectaron maclas de deformación y fisuras secundarias, en consistencia con la bibliografía.

#### Grabado ácido

En la Figura 6-10 se muestran imágenes de fisuras halladas en probetas con ataque ácido.



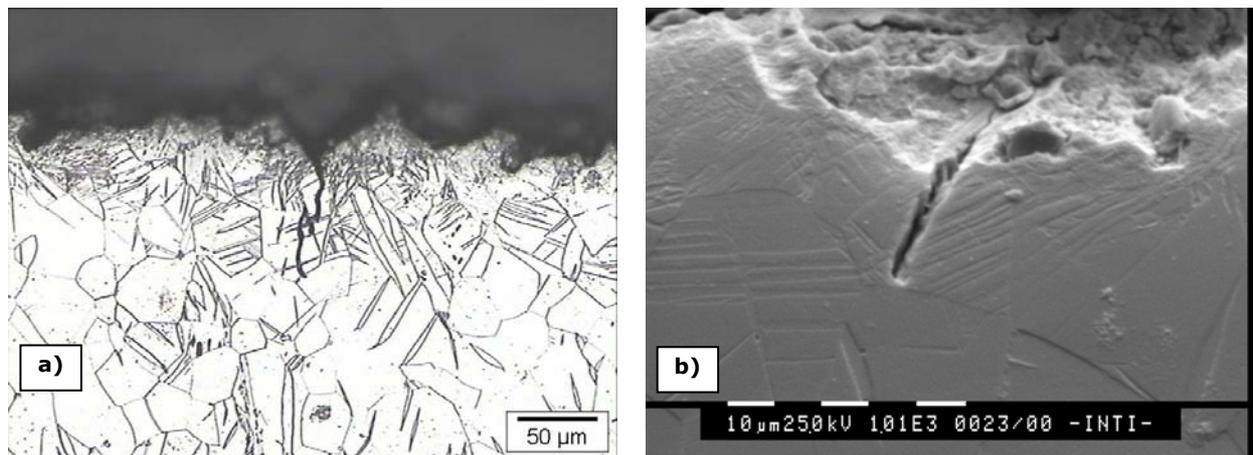


**Figura 6-10.** Imágenes OM y SEM de fisuras en probetas con ataque ácido. a) 50x, b) 100x, c) 500x, d) 1500x

En la Figura 6-10 se puede observar que la nucleación de fisuras secundarias tuvo lugar a partir de los defectos superficiales en forma de entalla descritos en el capítulo anterior, los cuales actuaron como concentradores de tensión. En estas imágenes se aprecian fisuras de mayor longitud que las detectadas para el resto de los tratamientos, las cuales nuclearon y no llegaron a propagarse por completo.

#### *Blasting*

En la Figura 6-11 se muestran imágenes de fisuras secundarias halladas en probetas con blasting.

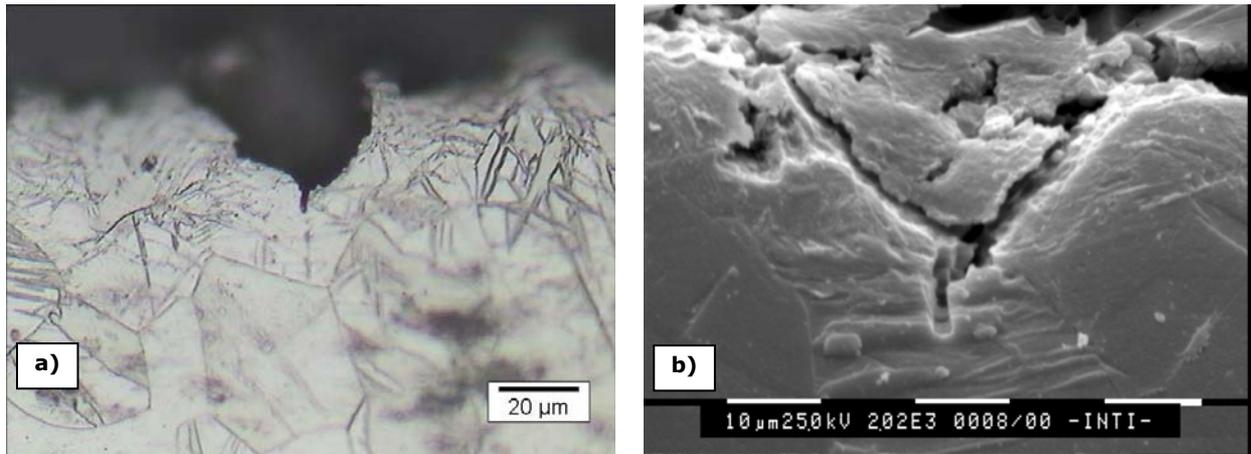


**Figura 6-11.** Imágenes OM y SEM de fisuras en probetas con blasting. a) 200x, b) 1000x

A partir de las imágenes precedentes (Figura 6-11) se observa que los defectos superficiales en forma de entalla, originados por la proyección de las partículas de alúmina, actuaron como concentradores de tensión y que fueron sitios preferenciales para la nucleación de fisuras que no llegaron a propagarse.

### *Blasting + Grabado ácido*

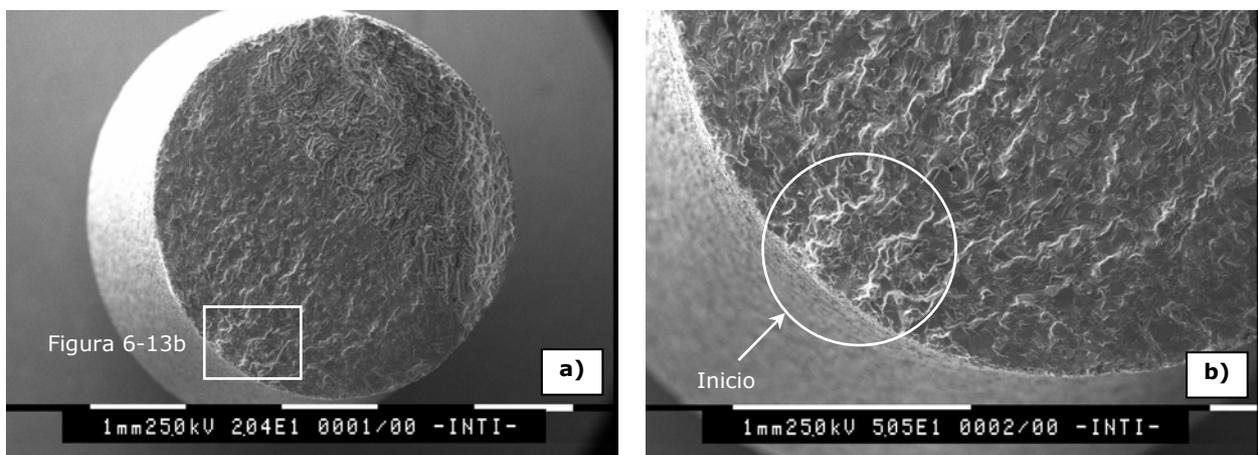
En la Figura 6-12 se muestran imágenes de fisuras halladas en probetas con blasting + ataque ácido. En ellas se puede observar que la nucleación de fisuras secundarias también tuvo lugar a partir de defectos superficiales en forma de entalla. Sin embargo, no se detectaron fisuras que hayan nucleado a partir de los defectos superficiales provocados por el tratamiento de grabado ácido posterior al blasting. Por lo tanto, este resultado significaría que los microhuecos generados por ataque ácido, no actuaron como concentradores de tensión.



**Figura 6-12.** Imágenes OM y SEM de fisuras en probetas blasting+ataque ácido. a) 500x, b) 2000x

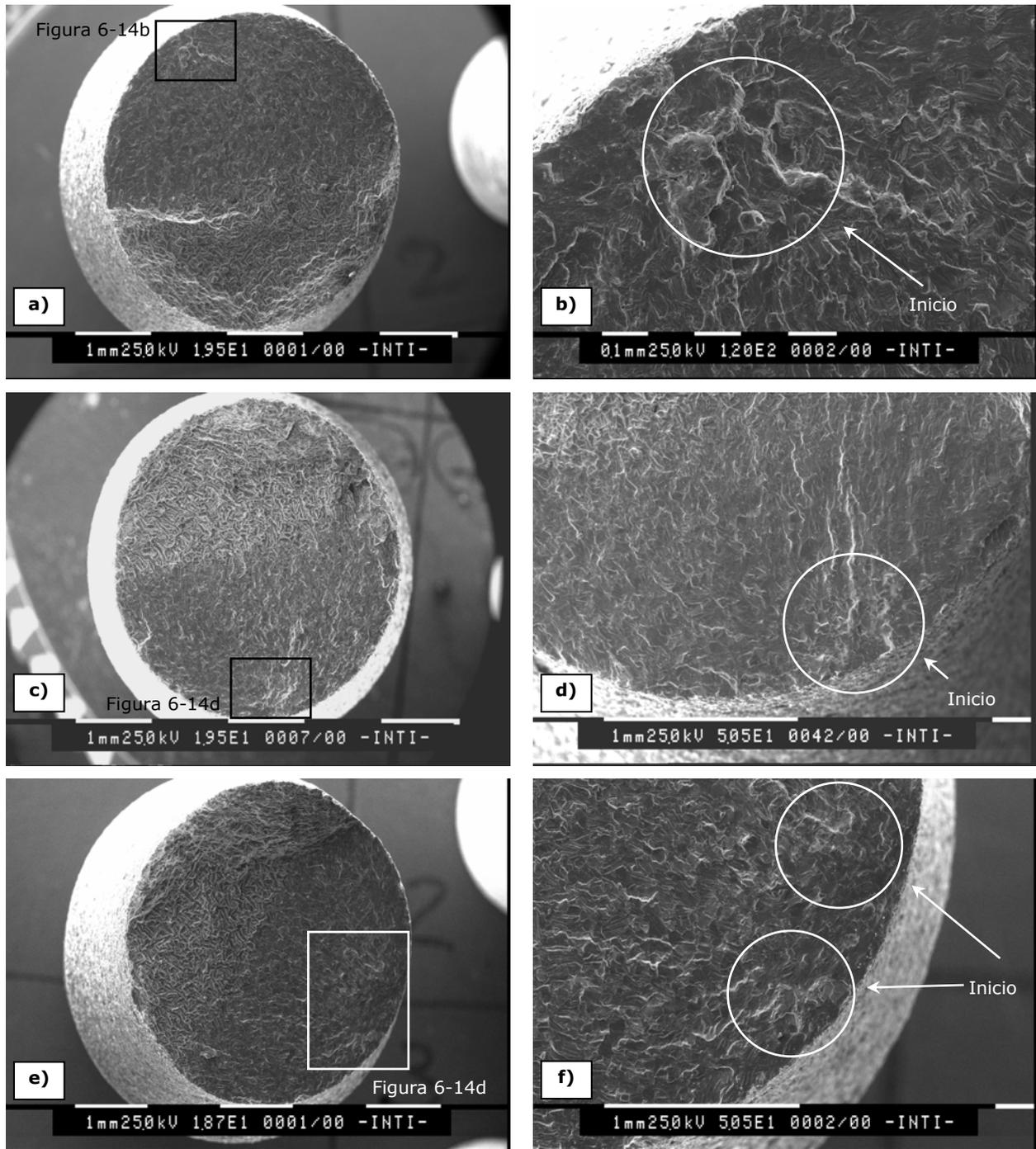
### *Inicio subsuperficial*

Luego de la observación de las superficies de fractura de todas las probetas ensayadas se detectó que para las probetas sin tratamiento (mecanizado) o con tratamiento de ataque ácido, el inicio tuvo lugar desde la superficie libre (Figura 6-13).



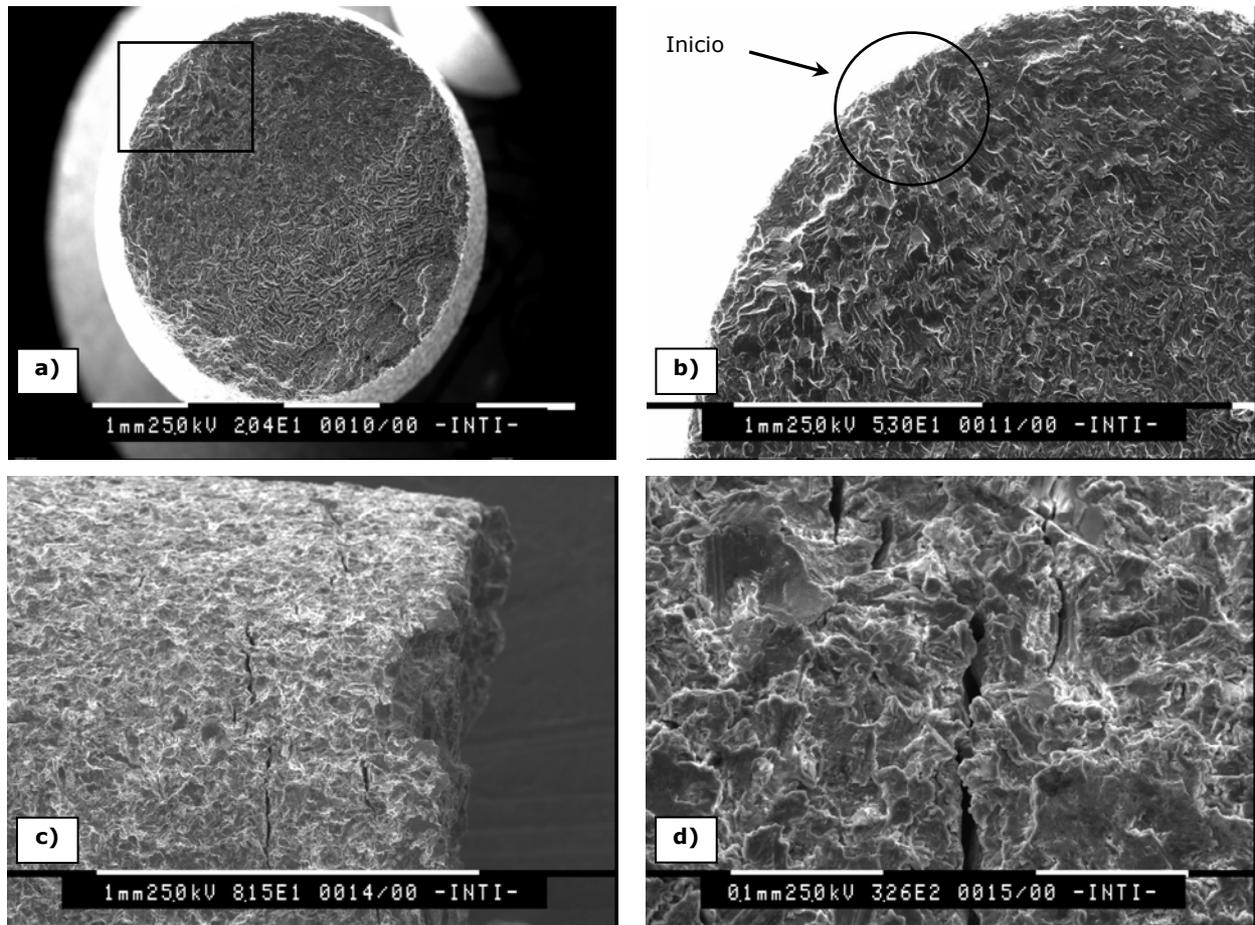
**Figura 6-13.** Imágenes SEM de una probeta con el inicio desde la superficie libre. a) 20x, b) 50x

Sin embargo, la observación de las superficies de fractura de las probetas con blasting y blasting + ataque ácido, reveló que los inicios tuvieron lugar, tanto desde la superficie libre como desde la subsuperficie. Se encontró que los inicios subsuperficiales se diferenciaron fácilmente en las probetas que resistieron baja amplitud de tensiones (Figura 6-14). Sin embargo, en algunos casos, las observaciones realizadas no permitieron distinguir con claridad la naturaleza del inicio.



**Figura 6-14.** Inicios en la subsuperficie de probetas con: a) y b) blasting,  $N_f=3,06 \cdot 10^5$ , c) y d) blasting  $N_f=2,57 \cdot 10^6$ , e) y f) blasting + ataque ácido,  $N_f=3,96 \cdot 10^5$

Se observó que, al aumentar la amplitud de tensiones aplicada, el inicio tiende a ser superficial como se observa en las Figuras 6-15a y 6-15b.



**Figura 6-15.** Imágenes SEM de la probeta con blasting que soportó la menor cantidad de ciclos ( $N_f=2,46 \cdot 10^4$ ). Superficie de fractura a) 20x, b) 50x. Superficie libre c) 80x, d) 325x

En las Figuras 6-15c y 6-15d se pueden ver fisuras secundarias que comenzaron a propagarse en un plano paralelo al de la superficie de fractura.

# CAPÍTULO 7

D  
I  
S  
C  
U  
S  
I  
O  
N

## DISCUSIÓN - 7

### EFFECTOS DE LOS TRATAMIENTOS DE SUPERFICIE EN LA VIDA A LA FATIGA

Los tratamientos de superficie utilizados en este trabajo produjeron un aumento de la rugosidad, defectos superficiales, deformación plástica superficial y tensiones residuales, según los resultados obtenidos en los capítulos anteriores. Todas estas variaciones afectan el comportamiento a la fatiga del titanio. Por otro lado, el número de ciclos necesario para producir la falla de una probeta por fatiga, se puede dividir en el número de ciclos necesarios para la iniciación de una fisura ( $N_I$ ), y el número de ciclos para propagar dicha fisura hasta producir la falla ( $N_P$ ). En el presente trabajo, debido a que se utilizó un único material y que los parámetros del ensayo de fatiga ( $R$ ,  $\sigma_m$ , temperatura, medio ambiente) fueron constantes, la vida a la fatiga se encuentra controlada fundamentalmente por la etapa de nucleación ( $N_I$ ) [35,36]. Desde ese punto, los resultados de los ensayos de fatiga implicarían que, para una misma condición de carga, las modificaciones superficiales producidas por cada tratamiento afecta el número de ciclos necesarios para iniciar una fisura por fatiga [64].

#### Consideraciones generales de los efectos de los tratamientos de superficie

Para realizar un análisis cualitativo de la importancia de las distintas modificaciones que produjeron los tratamientos, en la Tabla 7-I se resumen los efectos que produjo cada uno de ellos:

Tabla 7-I. Efectos de los tratamientos de superficie

Tipo de Superficie	Topografía	Defectos Superficiales	Deformación Plástica Superficial	Tensiones Residuales	Vida a la Fatiga
Mecanizado	Superficie de referencia	Superficie de referencia	Superficie de referencia	Superficie de referencia	Valores de referencia
Grabado Ácido	Aumentó la rugosidad	Generó concentradores de tensión	No produjo deformación plástica superficial	No introdujo tensiones residuales	Disminuyó sensiblemente
Blasting	Aumentó la rugosidad	Generó concentradores de tensión	Produjo deformación plástica superficial	Introdujo tensiones residuales	Semejante a los valores de referencia
Blasting + Grabado Ácido	Aumentó la rugosidad	Generó concentradores de tensión	Produjo deformación plástica superficial	Introdujo tensiones residuales	Semejante a los valores de referencia

## **Topografía y defectos superficiales**

Tal y como defiende Stout [65], debido a la variedad de posibilidades que ofrecen las múltiples metodologías disponibles para el análisis de la topografía, así como el hecho que todas poseen ciertas ventajas pero también ciertos inconvenientes, lo óptimo es realizar el análisis de la rugosidad con distintas técnicas que permitan describir la superficie cualitativa y cuantitativamente, en todos los niveles dimensionales: macro, micro y nanométrico. A partir de ello, teniendo en cuenta lo postulado por Aparicio en su Tesis Doctoral [17], la caracterización superficial por medio de microscopía electrónica de barrido (método cualitativo) y a través de perfilometría de contacto (método cuantitativo) son métodos adecuados y suficientes para el estudio de superficies para implantes dentales.

El análisis cualitativo de las superficies por SEM indicó que las topografías obtenidas son semejantes a las reportadas por otros autores. Aquí se destaca que el tamaño y geometría de los microhuecos generados por el ataque ácido son característicos de este tratamiento [31,62]. A su vez, la corrosión intergranular aparece como característica topográfica de superficies con ataque ácido para estudios de óseo-integración [29]. Por otro lado, el blasting provocó una topografía irregular y sin textura, es decir, sin una dirección o distribución específica de los defectos superficiales, lo cual es consistente con lo descrito por otros autores [17,22,28,66]. Asimismo, las características topográficas alcanzadas con el tratamiento de blasting + ataque ácido también estuvieron acorde con lo reportado [30,31,62]. La presencia de dos escalas de rugosidad, una asociada al tratamiento de blasting y otra al tratamiento de ataque ácido, es la característica principal de este tratamiento y resultó evidente en este trabajo. Además, el ataque ácido posterior al blasting aumentó la rugosidad superficial en concordancia con trabajos anteriores [31].

Según la bibliografía, para la descripción de la rugosidad del Ti c.p. es suficiente con calcular un parámetro de altura (vertical) y un parámetro de espaciado (horizontal). Por esta razón, el hecho que en este trabajo los parámetros de altura ( $R_a$  y  $R_t$ ) hayan presentado las mismas tendencias, implicaría que cualquiera de ellos podría caracterizar la topografía en forma independiente. Respecto a los resultados obtenidos en los valores de rugosidad, todos los tratamientos generaron una superficie más rugosa que la superficie de referencia (mecanizado), cuyos valores medidos, se corresponden con los reportados en la bibliografía (entre 1 y 6  $\mu\text{m}$ ) [16,22,63].

Desde el punto de vista de las propiedades de fatiga, la caracterización de los defectos superficiales juega un rol importante. En este sentido, una forma de cuantificar la severidad de potenciales concentradores de tensión es a través de la medición de rugosidad. Generalmente, para estas aplicaciones, el valor de rugosidad superficial que se suele representar es el parámetro  $R_a$ , ya que por su definición, da una idea más intuitiva de lo

que entendemos por rugosidad [19,67]. En este sentido, es ampliamente conocido que un aumento en los parámetros de rugosidad empeora la resistencia a la fatiga.

A fin de completar la caracterización de los defectos superficiales generados por los distintos tratamientos se realizó el análisis del perfil de las superficies a través de microscopía óptica y electrónica de barrido.

La observación de la superficie mecanizada reveló la ausencia de defectos superficiales severos consistentemente con los valores de rugosidad medidos.

Los defectos superficiales generados por el blasting, que desde el punto de vista de la concentración de tensiones fueron más severos, se encontraron distribuidos al azar sobre la superficie estudiada. Los resultados obtenidos muestran que la geometría de estos defectos está íntimamente ligada con la geometría de las partículas. La forma de entalla en V está asociada a los cantos vivos de las partículas, lo cual queda en evidencia al encontrar partículas incrustadas en la superficie.

Los defectos producidos por el ataque ácido fueron producto de la corrosión generalizada de la superficie (microhuecos, corrosión intergranular). A pesar de ello, los defectos que desde el punto de vista de la concentración de tensiones fueron más severos, se localizaron en los bordes de grano, consecuencia de la corrosión intergranular. Este hecho, potenciaría el efecto concentrador de tensiones del defecto superficial, por localizarse éste, en un lugar con mayor energía (bordes de grano) y propenso a la nucleación de fisuras [39].

Comparando los defectos producidos por el ataque ácido con los generados por el tratamiento de blasting, los primeros presentaron una relación de aspecto,  $a/b$ , dos veces mayor, con lo cual, el radio en el fondo de la entalla tiende a ser más pequeño, y en consecuencia, el factor de concentración de tensiones puede considerarse mayor. Es decir, desde el punto de vista mecánico, los defectos producidos por el ataque ácido favorecerían en mayor medida la nucleación de fisuras que los generados por el blasting.

Sin embargo, las consideraciones expuestas precedentemente, no son totalmente consistentes con los valores de rugosidad obtenidos. Si bien la generación de defectos superficiales implica un aumento de rugosidad, lo que coincide con los resultados descritos en este trabajo, las observaciones de los perfiles de las superficies, pusieron de manifiesto características geométricas y de distribución de los defectos que la perfilometría de contacto no diferenció.

Comparando las observaciones realizadas con los valores de los parámetros de rugosidad obtenidos, se pueden realizar algunas consideraciones. En principio, para caracterizar la magnitud de los defectos producidos por el blasting, el parámetro  $R_t$  podría considerarse como el más apropiado, ya que, los valores medidos se corresponden con las distancias pico-valle máximas observadas (30-40  $\mu\text{m}$ ). Para este tratamiento los valores de  $R_a$  no se correspondieron con el tamaño de defecto observado. Por otro lado, la caracterización de la

magnitud de los defectos producidos por el ataque ácido estaría mejor representada por el parámetro Ra, ya que los valores obtenidos ( $3,30 \pm 0,63 \mu\text{m}$ ) están de acuerdo con lo visto. Sin embargo, los valores de Rt, no se relacionan con la altura promedio de los defectos detectada. Los valores del parámetro Sm, por su parte, representan el valor medio de la separación entre picos, en el caso del blasting, debido a la distribución aleatoria de los defectos, el parámetro Sm podría representar el ancho de los mismos. Sin embargo, para el caso del ataque ácido, teniendo en cuenta la distribución de los defectos más severos (intergranulares), los valores obtenidos no se corresponden con la medida de ancho observada. Cabe aclarar que, según la bibliografía, el blasting genera una escala superior de rugosidad ( $20\text{-}50 \mu\text{m}$ ) a la cuantificada con perfilometría de contacto ( $\sim 1\text{-}8 \mu\text{m}$ ), lo cual es consistente con los resultados obtenidos en este trabajo. Esta diferencia entre lo observado y lo medido estaría asociada a las limitaciones propias de la técnica.

Los defectos generados por la superposición de ambos tratamientos pudieron diferenciarse en dos grupos. Por un lado, aquellos producidos por el blasting con las características antes descritas, y por el otro, los microhuecos propios del ataque ácido. Desde el punto de vista de la concentración de tensión, los defectos más severos fueron los asociados al blasting, ya que, el ataque ácido posterior, presentó una distribución de microhuecos homogénea, y no se detectó corrosión intergranular significativa. Esto último, podría deberse a que el proceso de corrosión tiende a ocurrir en sitios de mayor energía, como los bordes de grano, por esta razón, el aumento de la energía superficial asociado al tratamiento previo de blasting, habría eliminando los sitios preferenciales de corrosión y, a su vez, hecho más reactiva a toda la superficie. En consecuencia, para la discusión de los valores de los parámetros de rugosidad y su relación con la magnitud y distribución de los defectos, se podrían realizar las mismas interpretaciones que para el tratamiento de blasting. Se recuerda, además, que los valores de rugosidad medidos para este tratamiento, presentaron diferencias significativas respecto de la condición de mecanizado y estuvieron dentro de la misma banda de dispersión que los valores obtenidos para el blasting y el ataque ácido.

Finalmente, a pesar que la medición de rugosidad es una característica importante de superficies con aplicaciones biomédicas, probablemente en este caso, no sea la característica superficial más indicada para tratar de explicar los efectos en la vida a la fatiga de los distintos tratamientos de superficie, ya que, no permite diferenciar entre sí las características de los defectos generados por los mismos. En este trabajo, los valores de rugosidad medidos para cada tratamiento fueron del mismo orden de magnitud, por lo tanto, se puede interpretar, que la medición de rugosidad como método para cuantificar defectos superficiales toma importancia cuando las diferencias en las mediciones son

significativas. Fortaleciendo esta idea, los tratamientos de superficie aumentaron significativamente los valores de rugosidad respecto de la condición de mecanizado, en concordancia con la generación de defectos superficiales.

Por todo lo expuesto, la aplicación de la rugosidad como medida de la generación de defectos de superficie presenta ciertas limitaciones, acotándose su aplicación a superficies con diferencias de rugosidad significativas.

### **Deformación plástica superficial y tensiones residuales**

El proceso de mecanizado puede modificar la condición superficial (tensiones residuales, deformación plástica, etc.), sin embargo en este trabajo, los resultados obtenidos en relación a tensiones residuales y deformación plástica superficial para la condición de mecanizado fueron considerados como referencia respecto de las modificaciones introducidas por los tratamientos analizados.

En el caso de los tratamientos que implican la proyección de partículas sobre una superficie, cuanto mayor es la energía en el impacto (depende del tamaño y material de las partículas, y de la presión de proyección), mayor es la deformación plástica para un dado metal base [19]. La mayor transferencia de energía también genera una superficie con mayor trabajado en frío [17]. Además, el tiempo de proyección, y el ángulo de incidencia entre el haz de las partículas y la superficie tratada, son variables del granallado que tienen influencia sobre las tensiones residuales de compresión inducidas, las cuales, a su vez, modifican significativamente la dureza superficial y la resistencia a la fatiga mecánica del material [18,68,69]. En este sentido, los tratamientos de blasting y blasting + ataque ácido generaron deformación plástica superficial e introdujeron tensiones residuales de compresión, lo cual es consistente con lo esperado para este tipo de tratamiento [17,19,35,70,71]. Además, la presencia de una zona de deformación plástica severa superficial, seguida de una zona de maclas en la subsuperficie, fortalece la idea del endurecimiento superficial por trabajado en frío [70]. A su vez, como todas las variables de tratamiento se mantuvieron fijas durante la realización del blasting, tanto en las probetas de fatiga como en las muestras planas, se entiende que la intensidad de las tensiones residuales inducidas y el grado de endurecimiento superficial siempre fueron los mismos.

El tratamiento dual presentó características semejantes al tratamiento de blasting. En este sentido, se destaca que el corrimiento, intensidad y ancho del pico de difracción fueron muy semejantes en ambos casos y, por lo tanto, asumimos que las tensiones residuales inducidas fueron equivalentes. Además, ambos tratamientos presentaron una zona de deformación plástica severa, constante a lo largo de toda la superficie y de espesor similar. En consecuencia, podemos asumir que ambos tratamientos provocaron el mismo nivel (magnitud y distribución) de tensiones residuales y el mismo grado de endurecimiento

superficial. Desde otro punto de vista, se puede interpretar que el ataque ácido posterior al blasting, no produjo modificaciones adicionales en este aspecto, a las introducidas por la proyección de partículas. Finalmente, los resultados obtenidos para el tratamiento de ataque ácido favorecen esta idea ya que, no generó deformación plástica superficial ni introdujo tensiones residuales.

### **Enfoque local de tensiones**

La existencia de concentradores de tensión, tensiones residuales y deformación plástica en la superficie de las probetas, modifican sensiblemente las propiedades de fatiga del titanio [38,39]. Basándonos en las experiencias de Radaj [72], entendemos que la comprensión de estos efectos merece un análisis de tensiones desde el concepto de enfoque local. La idea central que sustenta los métodos locales de análisis es que, el comportamiento a la fatiga del material en la adyacencia del vértice de un concentrador, puede ser adecuadamente representado por el comportamiento de una probeta sin entalla, sometida al mismo campo de tensiones cíclicas que el existente en el vértice del concentrador. El enfoque local de tensiones es sólo apropiado para situaciones de fatiga de alto ciclo [54], por lo que puede ser aplicado en este caso.

Desde un punto de vista conceptual, para una dada tensión aplicada, el inicio tendrá lugar en el punto de la probeta para el cual se cumpla que

$$\sigma_{cr} \leq \sigma_{ef}$$

donde, la tensión crítica ( $\sigma_{cr}$ ), es el valor de tensión necesario para que se inicie una fisura, y la tensión efectiva ( $\sigma_{ef}$ ), es el valor de la tensión local.

La tensión crítica es función del material y está íntimamente ligada a las propiedades mecánicas del mismo. La tensión efectiva, en cambio, es consecuencia de la superposición de los efectos que afectan localmente a la tensión nominal (en este caso, tensiones residuales, concentración de tensiones).

Finalmente, la nucleación de una fisura por fatiga dependerá de las modificaciones introducidas en la resistencia del material, y del balance de los campos de tensiones locales generados por los concentradores de tensión y las tensiones residuales, y la tensión nominal aplicada.

### **Tensión crítica**

En este trabajo, las modificaciones en la tensión crítica están asociadas al endurecimiento por deformación plástica. Este endurecimiento conduce a aumentar localmente la

resistencia del material, con lo cual, aumenta la tensión crítica, y en consecuencia, es necesaria mayor tensión efectiva para que se produzca el inicio de una fisura [35,68]. Como se discutió anteriormente, la zona deformada se localiza en la periferia de la probeta, por lo tanto, a medida que nos alejamos de la superficie libre el endurecimiento también disminuye, y por ende, la tensión necesaria para el inicio de una fisura es menor. Finalmente, aunque puede ser redundante, se destaca que el grado de endurecimiento superficial y su variación en función del radio de la probeta, es independiente de la carga aplicada, y propio del tratamiento de superficie.

### **Tensión efectiva**

La discusión sobre la variación de la tensión efectiva es más compleja que la anterior, ya que están en juego campos de tensiones con características diferentes, que en su conjunto, afectan la intensidad y la distribución de la tensión aplicada.

Primero, hay que recordar que el ensayo de flexión produce, en cada sección, un gradiente de tensión que varía linealmente desde la superficie (máxima tensión), hasta alcanzar el cero en el eje de rotación (eje neutro). Además, como todas las probetas tienen la misma geometría, el gradiente de la tensión aplicada es más pronunciado cuanto mayor es el nivel de carga al que están sometidas las probetas. En este sentido, la máxima amplitud de tensión en los ensayos estuvo en el orden de los 500 MPa ( $2/3 \sigma_{UTS}$ ).

El análisis de los concentradores de tensión merece detener la discusión por un momento para realizar algunas consideraciones aclaratorias. En un principio, conocer la distribución de tensiones en el entorno de los defectos superficiales, enriquecería la discusión del enfoque local, ya que, se contaría con herramientas para explicar la real influencia de los mismos en la tensión efectiva. Esta distribución depende, entre otros parámetros, de la geometría del defecto. En este sentido, existen dos posibilidades, considerar a los defectos superficiales como discontinuidades geométricas, o como fisuras preexistentes.

En este punto, se sabe que la concentración de tensiones generada por discontinuidades geométricas es generalmente cuantificada por el factor de concentración de tensiones,  $k_t$ , y que su valor aumenta con la disminución del radio del concentrador de tensiones. Pero, si este radio es muy pequeño, como en el caso de una fisura, el efecto del concentrador de tensiones, y por ende la tensión máxima, aumenta considerablemente, mucho más allá de la tensión de fluencia del material. En estos casos, el concentrador de tensiones deja de tener sentido físico, y por lo tanto es necesario utilizar el concepto de factor de intensidad de tensiones,  $K$  (MFLE) o Integral  $J$  (MFEP), según corresponda, para definir la severidad de la distribución de tensiones frente a la punta de la fisura.

En nuestro caso, los defectos superficiales que actuaron como concentradores de tensión, tienen las siguientes características:

- por su geometría no podrían considerarse como fisuras preexistentes,
- por su tamaño tampoco podrían considerarse discontinuidades geométricas,
- los radios en el fondo de las entallas son muy pequeños ( $\sim$  decenas de  $\mu\text{m}$ ).

Teniendo en cuenta lo citado precedentemente, debido a su geometría, los defectos superficiales introducidos por los tratamientos en estudio, no podrían ser considerados como fisuras, ya que para ello, la relación de aspecto debe cumplir  $a/b \rightarrow \infty$ . Sumado a esto, si se consideraran como fisuras, debería tenerse en cuenta el radio plástico en su vértice. Consecuentemente, dadas las características de ductilidad del material y las dimensiones de los defectos, los mismos se constituirían en fisuras cortas debiéndose emplear para su análisis la teoría de la MFEP a fin de conocer la distribución de tensiones en el entorno de la entalla.

Por otro lado, el factor de concentración de tensiones en los defectos introducidos por los tratamientos estudiados, es más elevado que en el caso de una discontinuidad geométrica convencional (macroscópica), debido a la magnitud del radio en el fondo de los mismos. En consecuencia las tensiones alcanzadas en las adyacencias del defecto serían elevadas, produciendo la plasticidad local del material.

Sin embargo, para realizar el análisis cualitativo del efecto de los concentradores de tensión en la vida a la fatiga y permitir relacionar en forma preliminar, las influencias del resto de las variables en juego, se adopta, como hipótesis simplificativa, que los mismos son discontinuidades geométricas. En este sentido, es importante tener en cuenta que la aplicación del principio de superposición es estrictamente válida sólo en el rango lineal-elástico [73]. Cabe aclarar finalmente, que la presencia del concentrador de tensión genera adicionalmente un estado triaxial de tensiones en el vértice de la entalla, lo cual disminuye la tensión de corte resuelta asociada. En este sentido, dado que el inicio de fisuras por fatiga está asociado a las tensiones corte (modo II), la presencia de triaxialidad podría afectar esta etapa, favoreciendo el cambio de modo de crecimiento a Modo I [35].

Continuando con la discusión, se sabe que la presencia de concentradores aumenta el nivel local de tensión por encima del valor nominal, a una magnitud que depende del Factor de Concentración de Tensiones [35-38,73], de manera tal que la tensión local podría considerarse:

$$\sigma_{\text{ef}} = \sigma \cdot \text{FCT}$$

donde  $\sigma$  es la tensión nominal remota aplicada y FCT el factor de concentración de tensiones considerado. Además, la magnitud de la tensión efectiva resultante por efecto del concentrador, disminuye con la distancia a su vértice, esto implicaría que el factor de concentración de tensiones es función del radio de la probeta, como se muestra esquemáticamente en la Figura 7-1.

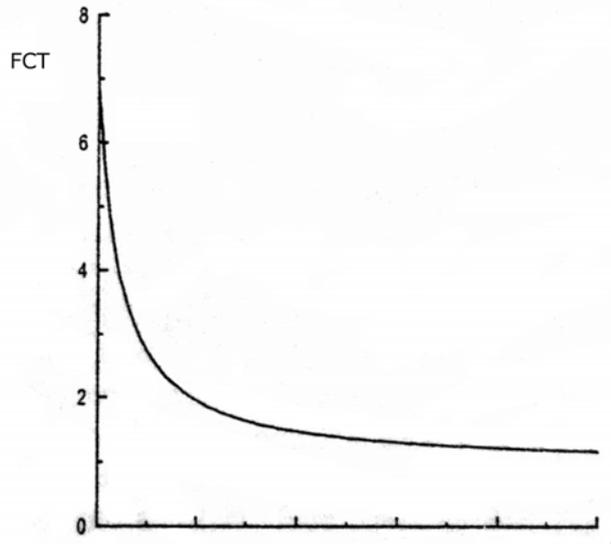


Figura 7-1. Variación del FCT con el la distancia al vértice del concentrador  $r$

Sumado a esto, a medida que aumenta la tensión local, el número de fisuras que nuclean a partir de los sitios potenciales de nucleación es mayor. Por lo tanto, en presencia de concentradores de tensión severos, es posible ver probetas con inicios múltiples. En consecuencia, la existencia de concentradores de tensión favorece el inicio prematuro de una fisura por fatiga [35-38]. En el Capítulo 6, se mostraron fisuras a partir de los distintos concentradores de tensión generados por los tratamientos en estudio, poniendo de manifiesto la real influencia que tuvieron los defectos superficiales en la nucleación de fisuras por fatiga.

En cuanto a las tensiones residuales, como se comentó anteriormente, son tensiones elásticas que se indujeron en las probetas a través del tratamiento de blasting. Según se describe en la bibliografía, estas tensiones residuales presentan una distribución e intensidad para una dada sección, que depende exclusivamente de las condiciones utilizadas durante el tratamiento [17,68,69]. La distribución de tensiones residuales para este tipo de tratamiento, generalmente es la siguiente (Figura 7-2):

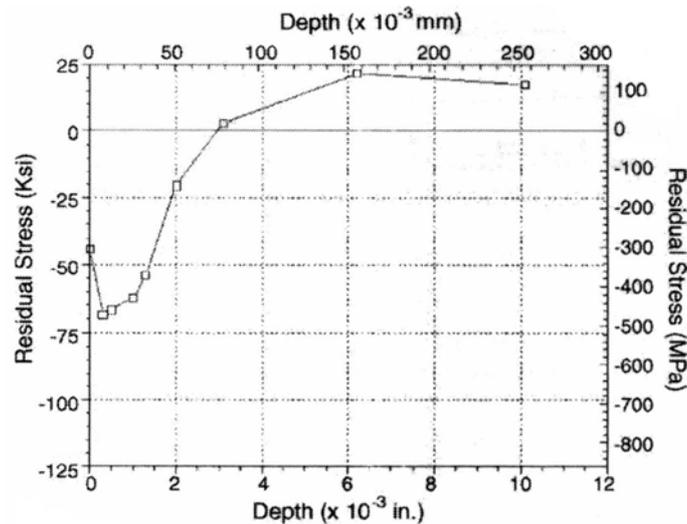


Figura 7-2. Distribución de tensiones residuales en una sección de una probeta con tratamiento de granallado [68]

En un primer lugar, existen tensiones de compresión asociadas a la zona de deformación plástica, y posteriormente, un pico de tensiones de tracción del orden del tercio de las tensiones de compresión hasta llegar a valor nulo en el centro de las probetas. Es decir, las tensiones residuales varían con el radio de la probeta [35,68,69]. Según se reporta, el máximo valor compresivo se alcanza cuando termina la zona de deformación plástica severa y empieza la zona de maclas [68]. Además, esta distribución e intensidad se mantienen constantes para todas las condiciones de carga.

Respecto de la tensión efectiva, para una dada tensión remota aplicada, se puede considerar que:

$$\sigma_{ef} = \sigma + \sigma_r$$

donde  $\sigma$  es la tensión nominal remota aplicada y  $\sigma_r$  el término correspondiente a las tensiones residuales.

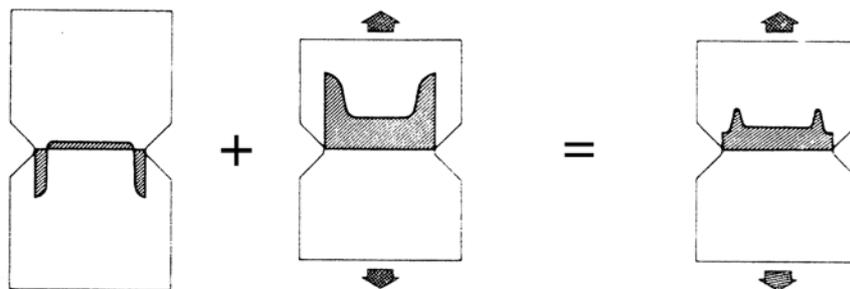
Las tensiones residuales compresivas mejoran la respuesta a la fatiga disminuyendo de manera constante e independientemente de la carga aplicada, el valor en la superficie de la tensión efectiva [35]. Este efecto es notorio para ensayos que presenten un gradiente que localice la tensión en la superficie, como es el caso de los ensayos de flexión y torsión. Esto se debe a dos motivos, primero porque disminuye el valor máximo de la tensión aplicada. Segundo, porque localizan la máxima tensión en el interior de la probeta lo cual, dificulta la nucleación de una fisura ya que allí, el material no cuenta con mecanismos simples de nucleación como la superficie libre [38]. En este sentido, para una probeta con tensiones residuales de compresión inducidas en su superficie y sometida a flexión rotativa, es esperable que el inicio tenga lugar en la subsuperficie [35,63,64,68]. Sin embargo, cabe aclarar que la presencia de tensiones residuales de compresión puede ser perjudicial, por

ejemplo en ensayos de tracción-compresión, ya que en este tipo de ensayo todas las fibras del material están igualmente tensionadas, y en consecuencia, la presencia del pico de tensiones residuales en el interior de la probeta, aumenta el valor nominal aplicado [38]. En nuestro trabajo, para las probetas con tratamiento de blasting y blasting + ataque ácido, se detectó que algunos de los inicios tuvieron lugar desde la subsuperficie, lo cual es consistente con la presencia de tensiones residuales de compresión introducidas por efecto del blasting (Figura 6-15 del Capítulo 6).

Finalmente, aplicando el enfoque local a nuestro caso, el valor de la tensión efectiva para una sección que presenta un defecto superficial (concentrador de tensión) en un entorno de la superficie, estará dado por:

$$\sigma_{ef} = \sigma \cdot FCT + \sigma_r$$

Cabe aclarar que, según lo reportado, el efecto adverso de los concentradores de tensión puede ser reducido o eliminado por la presencia de tensiones residuales. Si la intensidad de las tensiones residuales compresivas es tal, que reduce el aumento de la tensión aplicada por el FCT a un valor inferior al límite de fatiga, la falla no ocurrirá [38]. Sin embargo, es difícil en la práctica asegurar la intensidad de tensiones adecuada. En la Figura 7-3, se muestra esquemáticamente la distribución de tensiones resultante de aplicar una carga en una probeta con entalla, y con tensiones residuales de compresión inducidas previamente.



**Figura 7-3.** Distribución de tensiones resultante en una probeta cargada, con una entalla, y con tensiones residuales de compresión inducidas previamente

### Balance de tensiones

Resumiendo entonces las condiciones planteadas, por un lado tenemos las propiedades del material que pueden ser modificadas localmente por el endurecimiento superficial, el cual, tiende a retrasar el inicio de fisuras por fatiga. Por el otro lado, la tensión efectiva puede estar influenciada por la presencia de defectos superficiales y de tensiones residuales, los cuales, tienen influencias diferentes. Las entallas favorecen la nucleación, siendo su efecto

más importante cuanto mayor es la tensión remota. Las tensiones residuales aumentan la resistencia a la fatiga reduciendo la tensión efectiva en un valor constante e independiente de la tensión remota. Todas estas variables, a su vez, varían con la distancia a la superficie libre ( $r$ ), con lo cual, la superposición de efectos, no sólo modifica la magnitud de la tensión efectiva, sino también la ubicación de la máxima tensión en la sección más comprometida. En consecuencia, la condición para que tenga lugar el inicio de la fisura se podría reescribir como:

$$\sigma_{cr}(r) \leq \sigma(r) \cdot FCT(r) + \sigma_r(r)$$

A partir del balance de tensiones planteado anteriormente se pretende explicar los resultados obtenidos para cada condición superficial.

### **Vida a la fatiga**

El comportamiento a la fatiga de la condición de mecanizado podría considerarse que estuvo controlado por las características del material y por la tensión remota aplicada. Entonces, podría pensarse que la tensión efectiva es equivalente a la tensión remota aplicada ( $\sigma_{ef}=\sigma$ ), y que la resistencia a la fatiga del material es constante en toda la sección ( $\sigma_{cr}$  no depende de  $r$ ). Por lo tanto, la máxima tensión local se da en la superficie libre, lo cual es coherente con el hecho que las fisuras hayan nucleado desde allí. Asimismo, los resultados obtenidos para la curva  $\sigma$ - $N_f$  son consistentes con lo reportado en la bibliografía [34].

El ataque ácido, por su parte, presentó el peor desempeño a la fatiga. Analizando los efectos que introdujo el tratamiento tenemos que, respecto a la tensión crítica, no introdujo modificaciones ya que no generó deformación plástica superficial. Respecto a la tensión efectiva, no indujo tensiones residuales pero sí generó concentradores de tensión. En este sentido, las modificaciones generadas sólo contribuyeron a disminuir la vida a la fatiga (concentradores de tensión severos, y localizados en bordes de grano). En consecuencia, la condición más favorable para el inicio se da en el vértice del concentrador, donde la tensión local es máxima. Esto explicaría, por un lado, que los inicios hayan tenido lugar desde la superficie libre, y por el otro, la gran cantidad de fisuras secundarias que nuclearon a partir de los defectos superficiales, y que no llegaron a propagarse.

Por otro lado, se ha reportado en la bibliografía [30] que a partir de este tratamiento podría producirse la incorporación de hidrógeno en la superficie del material, lo que afectaría las propiedades del mismo.

Los tratamientos que además de generar defectos superficiales, introdujeron tensiones residuales de compresión, tuvieron mejor desempeño a la fatiga que el ataque ácido. Este resultado es consistente con la bibliografía ya que, como se discutió antes, las tensiones residuales de compresión pueden reducir y hasta eliminar los efectos de los concentradores de tensión [38]. Además, si consideramos el aumento de la resistencia de la capa superficial por la deformación plástica, y que los concentradores de tensión generados fueron menos severos que en las probetas con ataque ácido, nos encontramos ante una situación más favorable que la anterior que explicaría este comportamiento.

Cabe destacar que, el ataque ácido posterior al blasting no alteró significativamente la vida a la fatiga respecto a los resultados obtenidos para el blasting. Sin embargo, se evidenció un comportamiento levemente superior. La conducta observada se asociaría al hecho que el ataque ácido no modificó las tensiones residuales, y porque a su vez, los defectos superficiales que produjo no fueron sitios de nucleación de fisuras. Esto último, se debería a la ausencia de corrosión intergranular significativa, y a que los defectos se generaron sobre una superficie endurecida.

Por otro lado, a pesar que los resultados se encuentran dentro de una banda de dispersión lógica para este tipo de ensayo, los resultados de fatiga obtenidos para el tratamiento de blasting + ataque ácido muestran una tendencia a ser levemente superiores a los correspondientes al blasting. Sin embargo, se destaca que no se detectaron elementos que pudieran explicar este comportamiento como consecuencia del ataque ácido posterior al blasting.

Como se describió en el Capítulo 6, para los tratamientos de blasting y blasting + ataque ácido, se detectó que en probetas ensayadas a altos niveles de tensión, la iniciación se habría dado desde la superficie, pero en aquellas que fallaron a alto número de ciclos, el inicio tuvo lugar a partir de la subsuperficie. Este resultado se debería a la magnitud relativa que toma cada uno de los términos del balance de tensiones, para ambas condiciones mencionadas. Analizando esto, por un lado, las tensiones residuales reducen la tensión efectiva en la superficie y la magnifican en la subsuperficie, debido a su distribución. A su vez, el endurecimiento por deformación aumenta la tensión crítica en la zona superficial. Ambos efectos no dependen del nivel de tensiones aplicado y contribuyen a mejorar las propiedades de fatiga de la superficie. Además, a medida que la tensión aplicada disminuye, el valor del término  $\sigma(r)*FCT(r)$  en la superficie es menor.

Por lo tanto, al considerar todos los efectos mencionados en el balance de tensiones se tiene que, en la condición de baja amplitud de tensión aplicada, la subsuperficie presentaría una menor tensión crítica y una mayor tensión efectiva que la superficie, constituyéndose de esta forma en el sitio preferencial para la nucleación de fisuras por fatiga.

De la misma forma, para la condición de alta amplitud de tensión aplicada, el término  $\sigma(r)*FCT(r)$  adquiriría un mayor valor relativo, favoreciéndose de esta forma la iniciación de fisuras en la superficie.

Finalmente, se pone de manifiesto que la explicación de los efectos de cada tratamiento de superficie en la vida a la fatiga, está íntimamente ligada a la distribución e intensidad de las tensiones generadas y que interpretados desde un enfoque local pueden dar una explicación del comportamiento a la fatiga.

Desde otro punto de vista, de acuerdo con lo propuesto por Jiang et al. [68], para los ensayos a baja carga, la presencia de un inicio subsuperficial también podría interpretarse como una independencia en los resultados de la vida a la fatiga de la condición superficial.

Respecto a la comparación de los resultados para las probetas de blasting y blasting + ataque ácido respecto de la condición de referencia, los mismos presentaron valores semejantes. Sin embargo, a pesar que el comportamiento de las probetas con tratamiento blasting y blasting + ataque ácido, está ligado a una combinación de los factores analizados (deformación plástica superficial, tensiones residuales y defectos superficiales), teniendo en cuenta lo reportado en la bibliografía [38], el factor que mayor influencia tendría en la vida a la fatiga es la magnitud de las tensiones residuales. En este sentido, los resultados inducen a pensar que las tensiones residuales de compresión modifican la vida a la fatiga respecto de la condición de mecanizado.

### **Propagación de fisuras por fatiga**

Las curvas  $\sigma$ -N obtenidas en este trabajo representan en gran medida la resistencia a la iniciación de fisuras para cada condición analizada, ya que para un nivel de tensión dado, la etapa de propagación no depende del acabado superficial [36]. En este sentido, luego de la observación de las superficies de fractura de las probetas ensayadas, el hecho de haber encontrado las mismas características topográficas independientemente del tratamiento, da cuenta que los mecanismos de propagación fueron los mismos en todos los casos. Asimismo, se identificaron zonas con características de un mecanismo de propagación estable y zonas de rotura rápida, lo cual es coherente con lo descrito en la bibliografía [35,38].

### **Propagación estable**

El número de ciclos necesario para producir la falla de una probeta por fatiga se puede dividir en el número de ciclos necesarios para la iniciación de una fisura ( $N_I$ ) y el número de ciclos para propagar dicha fisura hasta producir la falla ( $N_P$ ). Sin embargo, la cantidad de ciclos consumidos para la iniciación puede ser entre el 0 y el 90 % del total de ciclos a la

rotura, dependiendo del material y de la existencia o no de defectos y de los procesos de localización de deformaciones (PSB, extrusiones-intrusiones) [36]. Si el componente en estudio se encuentra fisurado, es evidente que a medida que aumentamos la longitud de fisura inicial la vida a propagación por fatiga,  $N_p$ , disminuye. Dependiendo de su longitud, estas fisuras pueden clasificarse en fisuras largas (detectables por medio de ensayos no-destructivos) y fisuras cortas. Dado que las dimensiones de los defectos analizados son del orden del tamaño de grano se asume que no modifican la vida a propagación por fatiga [36]. Es decir, los concentradores de tensión sólo afectan el número de ciclos necesarios para la iniciación de fisuras, siendo  $N_p$  el mismo para todas las condiciones superficiales.

Las diferentes características de las superficies de fractura asociadas a la zona de propagación estable (regiones I y II), dan cuenta de la variación que sufre el mecanismo de propagación subcrítica a medida que la fisura crece. Asimismo, la dependencia del mismo con la orientación de cada grano individual quedó en evidencia. Este hecho es consistente con lo citado en la bibliografía como GOC (Grain-Orientation Control) [46]. En este sentido, la presencia predominante de surcos en ambas regiones, esta de acuerdo con lo reportado para ensayos de fatiga de titanio en aire [47].

Si bien los límites de las regiones I y II no estuvieron bien definidos en las superficies de fractura, la región I se podría asociar a valores de  $\Delta K$  bajos, mientras que la región II, en cambio, podría asociarse a valores de  $\Delta K$  mayores debido al incremento de la longitud de fisura ( $a$ ), y el consecuente aumento de la tensión aplicada por la reducción de la sección resistente. Desde este punto de vista, el  $\Delta K$  aplicado influiría en las características de los surcos ya que en la región II se observaron más separados y definidos que en la región I. En este sentido, la detección de estrías con espaciados muy pequeños (inferiores a lo reportado en la bibliografía [35]), sobre las superficies planas y lisas observadas en la región I, es consistente con la idea de valores bajos de  $\Delta K$  aplicado (baja velocidad de propagación). Asimismo, para valores de  $\Delta K$  mayores es esperable que el espaciado de las estrías aumente, por eso la presencia generalizada de estrías (fissures o convencionales) en la región II favorece esta idea. Finalmente, la característica transgranular de los mecanismos de propagación estable es consistente con lo reportado para el titanio [46,47].

### **Propagación inestable**

La rotura rápida o catastrófica de las probetas tiene lugar cuando los parámetros fractomecánicos en un sólido fisurado, alcanzan los valores críticos para los cuales se produce la propagación inestable. Los valores críticos dependen de las características del material como la tenacidad a la fractura y la tensión de fluencia, mientras que los parámetros fractomecánicos ( $K$ ,  $J$  o  $\delta$ ), varían según la longitud de la fisura, la geometría y

el sistema de cargas [35,36]. En los ensayos de fatiga, los distintos mecanismos de propagación hacen crecer la fisura y, en consecuencia, los parámetros fractomecánicos aumentan hasta alcanzar los valores críticos para los cuales se produce la rotura. Por esta razón, el tamaño de la zona de propagación inestable varió con la amplitud de tensiones. A valores de amplitud de carga más importantes, la sección remanente al momento de la propagación inestable fue mayor, lo cual es consistente con lo esperado [38].

Según lo reportado en la bibliografía, para materiales tenaces y de secciones redondas, la zona de fractura final (propagación inestable) consiste en una fractura compuesta de dos modos distintos. Primero, una fractura por tracción, asociada a un estado plano de deformación, que se extiende desde la zona de fatiga y a lo largo del mismo plano. Segundo, una fractura por corte a  $45^\circ$ , asociada a un estado plano de tensión, que bordea la superficie de fractura por tracción y se extiende hasta la superficie libre [38]. Este hecho es consistente con lo encontrado en las superficies de fractura observadas, fundamentalmente porque la región III de las probetas de fatiga presenta las mismas características que la zona de fractura plana de la probeta de tracción. Además, el modo transgranular de propagación de la fisura en las regiones III y IV, fortalecen la idea que la fractura rápida que se produjo en las probetas de fatiga responde al mismo mecanismo de fractura observado para la probeta de tracción.

Por otro lado, cabe destacar que el mecanismo de fractura por tracción disiente respecto del proceso reportado generalmente para la fractura estática de materiales dúctiles, el cual se basa en la coalescencia de microhuecos. Este resultado estaría asociado a la estructura cristalina del titanio (hcp), la cual, al poseer pocos sistemas de deslizamiento, dificulta la deformación plástica. En este caso, la rotura podría estar representada por el mecanismo propuesto por Jieping et al. [42] descrito en el Capítulo 2.

# CAPÍTULO 8

C  
O  
N  
C  
L  
U  
S  
I  
O  
N  
E  
S

## **CONCLUSIONES - 8**

Las modificaciones topográficas que introducen los tratamientos de superficie estudiados implican un reconocido beneficio ya que favorecen la respuesta biológica y, en comparación con la condición de referencia, existen suficientes evidencias para promover la utilización de los mismos. Por otro lado, dichos tratamientos modifican la vida a la fatiga respecto de la una superficie mecanizada. Por eso, el empleo de estos tratamientos requiere de un análisis integrado de estos aspectos (respuesta biológica y propiedades de fatiga), ya que ambos son de fundamental importancia para su aplicación.

- Los tratamientos de superficie utilizados generaron topografías que se estudian para mejorar la óseo-integración de implantes dentales. Todos los tratamientos de superficie generaron un aumento considerable de todos los parámetros de rugosidad medidos e introdujeron defectos superficiales acorde con lo reportado en la bibliografía.
- La relación entre los valores de los parámetros de rugosidad medidos, y los defectos superficiales observados en los perfiles de las superficies, puso de manifiesto que el empleo de la medición de rugosidad como método para caracterizar defectos superficiales presenta limitaciones. Las superficies generadas por los distintos tratamientos introdujeron defectos, que desde el punto de vista de la fatiga, tienen influencias muy distintas debido a la geometría y distribución de los mismos, sin embargo estas cuestiones no se vieron reflejadas en los valores de rugosidad obtenidos.
- A partir de los resultados obtenidos de los ensayos de fatiga por flexión rotativa se obtuvieron las ecuaciones de Basquin, que modelan el comportamiento a la fatiga de las condiciones estudiadas. Los tratamientos de blasting y blasting + ataque ácido no presentaron diferencias significativas respecto del mecanizado, mientras que el ataque ácido, provocó una disminución del orden de 150 MPa y de 2 órdenes de magnitud en términos de número de ciclos a la falla en todo el intervalo estudiado.
- El planteo del problema desde un enfoque local de tensiones permitió superponer los efectos introducidos por cada tratamiento. Estos efectos fueron la generación de defectos superficiales, la introducción de tensiones residuales y el endurecimiento superficial por deformación plástica. A partir de este enfoque local, se analizó la nucleación a través de un balance entre: la tensión local efectiva, dependiente de la tensión aplicada, los concentradores de tensión, y las tensiones residuales, y una

tensión crítica, propia del material y modificada por el endurecimiento superficial. Este balance representó una buena aproximación para explicar los resultados obtenidos, comprender los mecanismos involucrados y el valor relativo que tuvo cada uno de ellos.

- Para los tratamientos de blasting y blasting + ataque ácido se observó en algunas superficies de fractura de probetas ensayadas, que el inicio tuvo lugar en la subsuperficie, lo que estaría asociado a la introducción de tensiones residuales de compresión y al endurecimiento superficial generado. Este hecho contrarrestaría el efecto adverso que implica la generación de defectos en la superficie y explicaría por qué el ataque ácido, al no haber introducido tensiones residuales de compresión ni endurecido la superficie, fue el tratamiento que mayor efecto negativo tuvo sobre la resistencia a la fatiga del titanio. Finalmente, a partir de la existencia de inicios subsuperficiales podría interpretarse que la generación de tensiones residuales de compresión junto con el endurecimiento superficial independiza la respuesta a la fatiga de la condición superficial.
- Las cuatro condiciones superficiales analizadas presentaron superficies de fracturas con las mismas características, evidenciando que los mecanismos de propagación son los mismos que los reportados para fatiga de alto ciclo de titanio puro. Además, este resultado pone en evidencia que el estado superficial modifica el número de ciclos necesarios para la nucleación de una fisura, pero no afecta la etapa de propagación.

## CAPÍTULO 9

R  
E  
F  
E  
R  
E  
N  
C  
I  
A  
S

## REFERENCIAS - 9

- [1] S.M. Perren, S. Gogolevski: Biodegradable implants in fracture fixation. ISFR Symposium. Singapur, (1994) The Chinese University of Hong Kong and World Scientific Publishing Co.
- [2] A. Pizzoferrato, G. Ciapetti, L. Savarino, S. Stea, M.E. Donati, M. Visentin: Kinetics of biodegradable implant resorption, (1994) The Chinese University of Hong Kong and World Scientific Publishing Co.
- [3] Y. Proubasta, J. Gil Mur, J. A. Planell: Fundamentos de Biomecánica y Biomateriales, (1997) Ergon SA.
- [4] E.C.S. Rigo, L.C. Oliveira, L.A. Santos, A.O. Boschi, R.G. Carrodegua: Implantes metálicos recobertos com hidroxiapatita, Revista Brasileira de Engenharia Biomédica, 15 (1-2), (1999) 21-29.
- [5] M. Long, H.J. Rack: Titanium alloy in total joint replacement: a material science perspectiva, Biomaterials, 19 (1998) 1621-1639.
- [6] J.A. Disegi: Titanium alloys for fracture fixation implants, Injury, 31 (Suppl 4) (2000) 14-17.
- [7] K.A. Thomas, S.D. Cook: An evaluation of variables influencing implant fixation by direct bone apposition, J. Biomed. Mater. Res. 19 (1985) 875-901.
- [8] L. Carlsson, T. Rostlund, B. Albrektsson, T. Albrektsson: Removal torques for polished and rough titanium implants, Int. J. Oral Maxillofac. Impl. 3 (1988) 21-24.
- [9] A. Göransson, E. Jansson, P. Tengvall, A. Wennerberg: Bone formation after 4 weeks around blood-plasma-modified titanium implants with varying surface topographies: an in vivo study, Biomaterials, 24 (2003) 197-205.
- [10] A. Wennerberg, T. Albrektsson, B. Andersson: Bone tissue response to commercially pure titanium implants blasted with fine and coarse particles of aluminium oxide, Int. J. Oral & Maxil. Impl. 11 (1996) 38-45.
- [11] C. Han, C. Johansson, A. Wennerberg, J. Albrektsson: Quantitative and qualitative investigation of surface enlarged titanium and titanium alloy implants, Clinical Oral Implants Research 9 (1998) 1-10.
- [12] W.C. Wagner: A brief introduction to advanced surface modification technologies, J. Oral Implantology 18 (3), (1998) 231-235.
- [13] J. Lincks, B.D. Boyan, C.R. Blanchard, C.H. Lohmann, Y. Liu, D.L. Cochran, D.D. Dean, Z. Schwartz: Response of MG63 osteoblast-like cells to titanium and titanium alloy is dependent on surface roughness and composition, Biomaterials, 19 (1998) 2219-2232.

- [14] B.D. Boyan, V.L. Sylvia, Y. Liu, R. Sagun, D.L. Cochran, C.H. Lohmann, D.D. Dean, Z. Schwartz: Surface roughness mediates its effects on osteoblasts via protein kinase A and phospholipase A2, *Biomaterials*, 20 (1999) 2305-2310.
- [15] D.D. Deligianni, N. Katsala, S. Ladas. D. Sotiropoulou, J. Amedee, Y.F. Missirlis: Effect of surface roughness of the titanium alloy Ti-6Al-4V on human bone marrow cell response and on protein absorption, *Biomateriales*, 22 (2001) 1241-1251.
- [16] L. Cooper: A role for surface topography in creating and maintaining bone at titanium endosseous implants, *J. Prosthet. Dent.* 84 (2000) 522-534.
- [17] C. Aparicio Bádenas: Tratamientos de superficie sobre titanio comercialmente puro para la mejora de la osteointegración de los implantes dentales, (2004) Tesis Doctoral, Universitat Politècnica de Catalunya.
- [18] M. Kobayashi, T. Matsui, Y. Murakami: Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening, *Int. J. Fatigue* 20 (1998) 351-357.
- [19] Metal Handbook: Surface Engineering, Vol. 5, 9<sup>o</sup> Edición, ASM.
- [20] J.E. Feighan, V.M. Goldberg, D. Davy, J.A. Parr, S. Stevenson: The influence of surface-blasting on the incorporation of titanium-alloy implants in a rabbit intramedullary model, *Journal of Bone and Joint Surgery*, 77-A (9), (1995) 1380-1395.
- [21] A. Karacs, A.J. Fancsaly, T. Divinyi, G. Peto, G. Kovách: Morphological and animal study of titanium dental implant surface induced by blasting and high intensity pulsed Nd-glass laser, *Mater. Sci. Eng. C* 23 (2003) 431-435.
- [22] C. Aparicio, F.J. Gil, J.A. Planell: Human-osteoblast proliferation and differentiation on grit-blasted and bioactive titanium for dental applications, *J. Mater. Sci.* 13 (2002) 1105-1111.
- [23] A. Abron, M. Hopfensperger, J. Thompson, L. F. Cooper: Evaluation of a predictive model for implant surface topography effects on early osseointegration in the rat tibia model, *J. Prosth. Dent.* 85 (2001) 40-46.
- [24] A. Wennerberg, The importance of surface roughness for implant incorporation *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 38 (1998) 657-662.
- [25] A. Wennerberg, T. Albrektsson, C. Johansson, B. Andersson: Experimental study of turned and grit-blasted screw-shaped implants with special emphasis on effects of blasting material and surface topography, *Biomaterials*, 17 (1996) 15-22.
- [26] H.J. Rønold, J.E. Ellingsen: Effect of micro-roughness produced by TiO<sub>2</sub> Blasting-tensile testing of bone attachment by using coin-shaped implants, *Biomaterials*, 23 (2002) 4211-4219.
- [27] C. Aparicio, F.J. Gil, C. Fonseca, P. Barbosa, J.A. Planell: Corrosion behaviour of commercially pure titanium shot blasted with different materials and sizes of shot particles for dental implant applications, *Biomaterials*, 24 (2003) 263-273.

- [28] P. Corengia, G. Conterno, L. Pazos, D.A. Egidi, D. Menéndez, H. De Rosa, R. Crosta: Influencia del blasting con  $Al_2O_3$  y vidrio en las características de superficie de implantes dentales, Proc. Cong. CONAMET/SAM-SIMPOSIO MATERIA 2003, ISBN 987-20975-0-X, (2003) 828-831.
- [29] S.A. Cho, K.T. Park: The removal torque of titanium screw inserted in rabbit tibia treated by dual acid etching, *Biomaterials* 24 (2003) 3611-3617.
- [30] E. Conforto, B.O. Aronsson, A. Salito, C. Crestou, D. Caillard: Rough surfaces of titanium and titanium alloys for implants and prostheses, *Mater. Sci. Eng. C* 24 (2004) 611-618.
- [31] M. Parodi, G. Conterno, L. Pazos, M. Roth, P. Corengia, D. Egidi, R. Crosta: Características de superficie de titanio atacado con ácido sulfúrico y ácido clorhídrico, Proc. Cong. CONAMET/SAM 2004, (2004) 29-32.
- [32] L. Pazos, G. Conterno, M.B. Parodi, M. Roth, D.A. Egidi, P. Corengia, R. Crosta: Tratamientos de superficie en biomateriales: ataque ácido de superficies de titanio, 5º Anales Jornadas de Innovación y Desarrollo, INTI, (2004).
- [33] S.H. Teoh: Fatigue of biomaterials: a review, *Int. J. Fatigue*, 22 (2000) 825-837.
- [34] C. Lin, C. Ju, J. Lin: A comparison of the fatigue behavior of cast Ti-7.5Mo with c.p. titanium, Ti-6Al-4V and Ti-13Nb-13Zr alloys, *Biomaterials* 26 (2005) 2899-2907.
- [35] G. Dieter: *Mechanical Metallurgy*, 3º Edición (1986) Mc Graw-Hill, New York.
- [36] M. Chapetti: *Mecánica de Materiales*, 1ª Edición (2005) Al Margen, La Plata.
- [37] W.D. Callister Jr.: *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, (1997) Reverté S.A., Barcelona.
- [38] *Metal Handbook: Failure Analysis and Prevention*, Vol. 11, 9º Edición, ASM.
- [39] *Metal Handbook: Fracture and Fatigue*, Vol. 19, 10º Edición, ASM.
- [40] M.J. Donachie Jr.: *Titanium, a Technical Guide*, (1987) ASM.
- [41] ASTM F 67-00: Standard specifications for unalloyed titanium for surgical implant applications, (2000).
- [42] Z. Jieping, G. Haicheng, Z. Huijin: Tensile deformation and fracture in high purity titanium: in situ observation by scanning electron microscopy, *Mater. Sci. Eng. A* 114 (1989) 89-96.
- [43] B. E. Balkin: Implant dentistry: historical overview with current perspective, *Journal of Dental Education*, 52 (1988) 683-689.
- [44] T. Xiaoli, G. Haicheng: Fatigue crack initiation in high-purity titanium crystals, *Int. J. Fatigue*, 18 N°5 (1996) 329-333.
- [45] Z.N. Ismarrubiea, M. Suganob: Environmental effects on fatigue failure micromechanisms in titanium, *Mater. Sci. Eng. A* 386 (2004) 222-233.

- [46] J.L. Robinson, C.J. Beevers: The effects of load ratio, interstitial content, and grain size on low-stress fatigue-crack propagation in  $\alpha$ -titanium, *Metal Sci. J.* 7 (1973) 153-159.
- [47] C.M. Ward-Close, C.J. Beevers: The influence of grain orientation on the mode and rate of fatigue crack growth in  $\alpha$ -titanium, *Metal. Trans. A* 11A (1980) 1007-1017.
- [48] M. Ipohorski: *Microscopía Electrónica de Barrido*, IT-38 (1996), IT Prof. Jorge A. Sábato, UNSAM-CNEA, San Martín.
- [49] Norma ISO 4287/1: Surface roughness – Terminology, Part 1: Surface and its parameters, (1984).
- [50] N. Míngolo, M. Ortiz: *Caracterización de recubrimientos y superficies por difracción de rayos X*, *Procesamiento de Materiales por Plasma – Tercer Curso*, CNEA-JICA (2000) Editorial CAC, San Martín.
- [51] D. Hermida: *Cristalografía y Difracción*, IT-58 (1996) IT Prof. Jorge A. Sábato, UNSAM-CNEA, San Martín.
- [52] A. Helfgot: *Ensayo de los materiales*, (1979) Kapeluz, Buenos Aires.
- [53] A. González Arias: *Laboratorio de Ensayos Industriales – Metales*, 14<sup>o</sup> Edición (1999) Ediciones Litenia, Buenos Aires.
- [54] L.A. de Vedia, H. Svoboda: *Fatiga*, (2001) *Ensayos Industriales*, Departamento de Ingeniería Mecánica, FIUBA, Buenos Aires.
- [55] *Metal Handbook: Metallography and microstructures*, Vol. 9, 9<sup>o</sup> Edición, ASM.
- [56] ASTM E 407: Standard practice for microetching metals and alloys (1999).
- [57] ASTM E 112: Standard test methods for determining average grain size (2004).
- [58] ASTM E 8M: Standard test methods for tension testing of metallic materials [Metric], (1997).
- [59] PE 22 09:03: Procedimiento específico para la determinación de microdureza Vickers, (2006) INTI-Mecánica.
- [60] *Metal Handbook: Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials*, Vol. 2, (1995) ASM.
- [61] R. Sailer, G. McCarthy, (1993) North Dakota State University, Fargo, North Dakota, ICDD Grant-in-Aid.
- [62] D. Li, S.J. Ferguson, T. Beutler, D.L. Cochran, C. Sittig, H.P. Hirt, D. Buser: Biomechanical comparison of the sandblasted and acid-etched and the machined and acid-etched titanium surface for dental implants, *J. Biomed. Mater. Res.* 60 (2002) 325-332.
- [63] F.J. Gil, J.A. Planell, A. Padrós, C. Aparicio: The effect of shot blasting and heat treatment on the fatigue behavior of titanium for dental implant applications, *Dental Materials* (2006) In Press.

- [64] L. Wagner: Mechanical surface treatments on titanium, aluminium and magnesium alloys, *Mater. Sci. Eng. A* 263 (1999) 210-216.
- [65] K.J. Stout: Three-Dimensional surface topography: measurement, interpretation, and applications. A survey and bibliography, (1994) Penton, London-Bristol-Pennsylvania.
- [66] A. Wennerberg, T. Albrektsson, J. Lausmaa: Torque and histomorphometric evaluation of c.p. titanium screws blasted with 25- and 75- $\mu\text{m}$ -sized particles of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , *J. Biomed. Mater. Res.* 30 (1996) 251-260.
- [67] R.W. Suhr: The effect of surface finish on high cycle fatigue of a low alloy steel, *The Behaviour of Short Fatigue Crack*, (1986) 69-86.
- [68] H.J. Grover: Factors by which shot peening influences the fatigue strength of parts, *The Shot Peener* 12 (1997) 5-9.
- [69] R.A. Chernekoff, S. Mocarski, D.A. Yeager: Increased fatigue strength of powder forged connecting rods by optimized shot penning, *Powder Metal* 38 (1995) 196-200.
- [70] X.P. Jiang, X.Y. Wang, J.X. Li, D.Y. Li, C.S. Man, M.J. Shepard, T. Zhai: Enhancement of fatigue and corrosion properties of pure Ti by sandblasting, *Mater. Sci. Eng. A* (2006) In Press.
- [71] G.A. Webster, A.N. Ezeilo: Residual stress distributions and their influence on fatigue lifetimes, *Int. J. Fatigue* 23 (2001) S375-S383.
- [72] D. Radaj: Review of fatigue strength assessment of nonwelded and welded structures based on local parameters, *Int. J. Fatigue*, 18 (1996) 153-170.
- [73] L.A. de Vedia: *Conceptos de mecánica de la fractura aplicados a soldadura*, (2001) IAS BSO.011, Buenos Aires.

# CAPÍTULO 10

P  
E  
R  
S  
P  
E  
C  
T  
I  
V  
A  
S

## **PERSPECTIVAS - 10**

En este trabajo se abordaron ciertos aspectos de los efectos de los tratamientos de superficie, diseñados para aplicaciones biomédicas, en la vida a la fatiga de titanio c.p. En este sentido, es necesario continuar profundizando el análisis y generando nuevas experiencias para lograr una mayor comprensión de los mecanismos involucrados en la resistencia a la fatiga. Finalmente, las perspectivas de trabajo más relevantes, que se desprenden de este estudio se pueden sintetizar de la siguiente manera:

- Validar los resultados obtenidos en este trabajo con ensayos de fatiga complementarios sobre piezas reales. En este sentido, la realización de ensayos de fatiga normalizados para implantes dentales permitiría, desde un punto de vista tecnológico, correlacionar los tratamientos de superficie con la vida a la fatiga de componentes biomecánicos.
- Estudiar el efecto de los parámetros de proceso correspondientes a los tratamientos de superficie estudiados, a fin de alcanzar las condiciones superficiales que optimicen la respuesta biológica y las propiedades de vida a la fatiga del titanio.
- Extender este estudio a otros tratamientos de superficie utilizados en titanio para aplicaciones biomédicas a fin de conocer, los efectos de los mismos en la vida a la fatiga y validar la propuesta del enfoque local.
- Avanzar en la cuantificación de los términos del balance de tensiones relacionado con el enfoque local, de modo de conocer con mayor precisión los efectos de cada variable.
- Estudiar la influencia de los defectos superficiales generados por los tratamientos de superficie desde la MFEP, complementando los resultados obtenidos con ensayos adecuados para el estudio de la nucleación de fisuras por fatiga.
- Complementar los estudios a fin de lograr una mayor comprensión de la influencia del ataque ácido posterior al blasting en las propiedades de fatiga.
- Analizar las limitaciones de la medición de rugosidad para caracterizar defectos superficiales. Asimismo, trabajar en el desarrollo y/o aplicación de alguna técnica experimental que permita relacionar mejor la caracterización de las superficies: óseo-integración, defectos y propiedades de fatiga.