

Influencia de Tratamientos Térmicos de Baja Temperatura en la Heterogeneidad Microestructural Inducida por ECASE en Titanio Comercialmente Puro Grado 2

Influence of Low-Temperature Heat Treatments on the Microstructural Heterogeneity Induced by ECASE in Commercially Pure Titanium Grade 2

Doctorando/a:

Mariela MELIA

<https://orcid.org/0000-0002-0227-342X>

Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional San Nicolás, Argentina
mmelia@frsn.utn.edu.ar

Director/a:

Martina AVALOS

Codirector/a:

Elena Brandaleze

Resumen

El titanio comercialmente puro grado 2 (Ti CP G2) constituye una alternativa atractiva para aplicaciones biomédicas debido a su elevada resistencia a la corrosión y excelente biocompatibilidad. Sin embargo, sus propiedades mecánicas y su resistencia al desgaste resultan insuficientes para determinadas aplicaciones. En este trabajo se analiza el efecto de los tratamientos térmicos sobre la heterogeneidad microestructural inducida por el Estirado de Chapa en Canal Angular, también conocido por sus siglas en inglés como ECASE (Equal Channel Angular Sheet Extrusion). Para ello las chapas de Ti CP G2 fueron deformadas plásticamente de forma severa mediante 1 pase ECASE y posteriormente tratadas térmicamente a 250 °C y 300 °C durante 10 y 40 minutos. La caracterización se llevó a cabo mediante ensayos de microdureza Vickers en tres zonas sobre el espesor de las muestras: centro y las superficies en contacto con el canal angular de la herramienta utilizada para deformar el material sumando, además, análisis microestructural por difracción de electrones retrodispersados (EBSD). Los resultados muestran que el procesamiento ECASE genera una distribución heterogénea de dureza, con mayores valores en las zonas superficiales. Los tratamientos térmicos modifican esa heterogeneidad incrementando el índice de heterogeneidad hasta un valor máximo de 15% para la condición tratada a 300 °C durante 10 minutos, mientras que el tratamiento a 300 °C y 40 minutos produjo la mayor dureza superficial. Estos resultados indican que los tratamientos térmicos de baja temperatura permiten modificar la respuesta mecánica del material previamente deformado, constituyendo una estrategia prometedora para optimizar propiedades sin alterar su composición química.

Palabras clave: Ti CP G2; deformación plástica severa; estirado en canal angular; tratamientos térmicos

Abstract

Commercially pure grade 2 titanium (CP Ti G2) is an attractive alternative for biomedical applications due to its high corrosion resistance and excellent biocompatibility. However, its mechanical properties and wear resistance are insufficient

for certain applications. This work analyzes the effect of heat treatments on the microstructural heterogeneity induced by Equal Channel Angular Sheet Extrusion (ECASE). For this purpose, CP Ti G2 sheets were subjected to severe plastic deformation by one ECASE pass and subsequently heat treated at 250 °C and 300 °C for 10 and 40 minutes. Characterization was carried out by Vickers microhardness testing at three locations through the sample thickness: the center and the surfaces in contact with the angular channel of the tool used to deform the material. In addition, microstructural analysis was performed by electron backscatter diffraction (EBSD). The results show that ECASE processing generates a heterogeneous hardness distribution, with higher values in the surface regions. Heat treatments modify this heterogeneity, increasing the heterogeneity index up to a maximum value of 15% for the condition treated at 300 °C for 10 minutes, while the treatment at 300 °C for 40 minutes produced the highest surface hardness. These results indicate that low-temperature heat treatments allow the mechanical response of the previously deformed material to be modified, constituting a promising strategy for optimizing its properties without altering its chemical composition.

Keywords: Ti CP G2; severe plastic deformation; low-temperature heat treatment; microstructural heterogeneity

Introducción

En la ingeniería de materiales metálicos un pilar fundamental es la posibilidad de modificar la microestructura mediante el procesamiento. A diferencia de la composición química que suele estar condicionada por la aplicación, la microestructura puede diseñarse mediante diferentes rutas de procesamiento para obtener combinaciones de propiedades específicas. La microestructura es el nivel de la jerarquía con mayor potencial de control, ya que con pequeñas modificaciones pueden lograrse una amplia gama de comportamientos en las aleaciones (Humphreys & Hatherly, 2004).

Dentro de las rutas de procesamiento, la deformación plástica severa permite reducir fuertemente el tamaño de grano, modificar la densidad de defectos cristalinos y mejorar las propiedades mecánicas sin la necesidad de modificaciones de carácter químico (Valiev et al., 2016). Esta característica resulta de interés en aplicaciones biomédicas donde es necesario preservar la composición química original para mantener las características anticorrosivas y de biocompatibilidad (Eliaz, 2019).

Las aleaciones de titanio son ampliamente utilizadas en implantes médicos debido a que poseen una elevada resistencia a la corrosión y buena biocompatibilidad. Entre ellas, la aleación Ti6Al4V se usa habitualmente para estas aplicaciones, sin embargo, algunos autores han reportado posibles efectos adversos asociados al vanadio y al aluminio, motivo por el cual se ha impulsado su reemplazo por otras alternativas (Geetha et al., 2009). En este contexto, la aleación Ti CP G2 es una alternativa de interés ya que tiene una excelente resistencia a la corrosión y biocompatibilidad, sin embargo, sus propiedades mecánicas y su resistencia al desgaste resultan insuficientes para el reemplazo de tejidos duros donde el material se encuentra sometido a elevadas cargas (Li et al., 2014). Se ha demostrado que los tratamientos mecánicos superficiales constituyen una alternativa viable para incrementar la resistencia al desgaste (Kaur et al., 2019). La deformación plástica severa constituye una vía para alcanzar los requerimientos mecánicos sin sacrificar la resistencia a la corrosión intrínseca de la aleación. En particular la deformación plástica severa por Estirado en canal angular (ECASE) ha demostrado ser efectiva para incrementar la dureza superficial de chapas mediante la imposición de heterodeformación sin modificar su composición química (Muñoz et al., 2021). Otros investigadores han logrado incrementos adicionales de la resistencia a la tracción de aleaciones de titanio con tratamientos térmicos de baja temperatura (Valiev et al., 2003). Sin embargo, la evolución de la microestructura heterodeformada de forma severa combinada con tratamientos térmicos ha sido poco estudiada. Por lo tanto, este trabajo analiza la evolución de la heterogeneidad microestructural inducida por ECASE en Ti CP G2 durante tratamientos térmicos de baja temperatura.

Desarrollo

Con el propósito de incrementar la dureza superficial del Ti CP G2 sin modificar su composición química se procesaron chapas usando un pase ECASE (M1), siguiendo el protocolo que se describe en una investigación previa (Muñoz et al., 2021). Posteriormente las muestras fueron sometidas a tratamientos térmicos de baja temperatura en cuatro condiciones de tiempo y

temperatura: 250 °C durante 10 minutos (M2), 250 °C durante 40 minutos (M3), 300 °C durante 10 minutos (M4) y 300 °C durante 40 minutos (M5). El esquema de procesamiento se muestra en la figura 1.

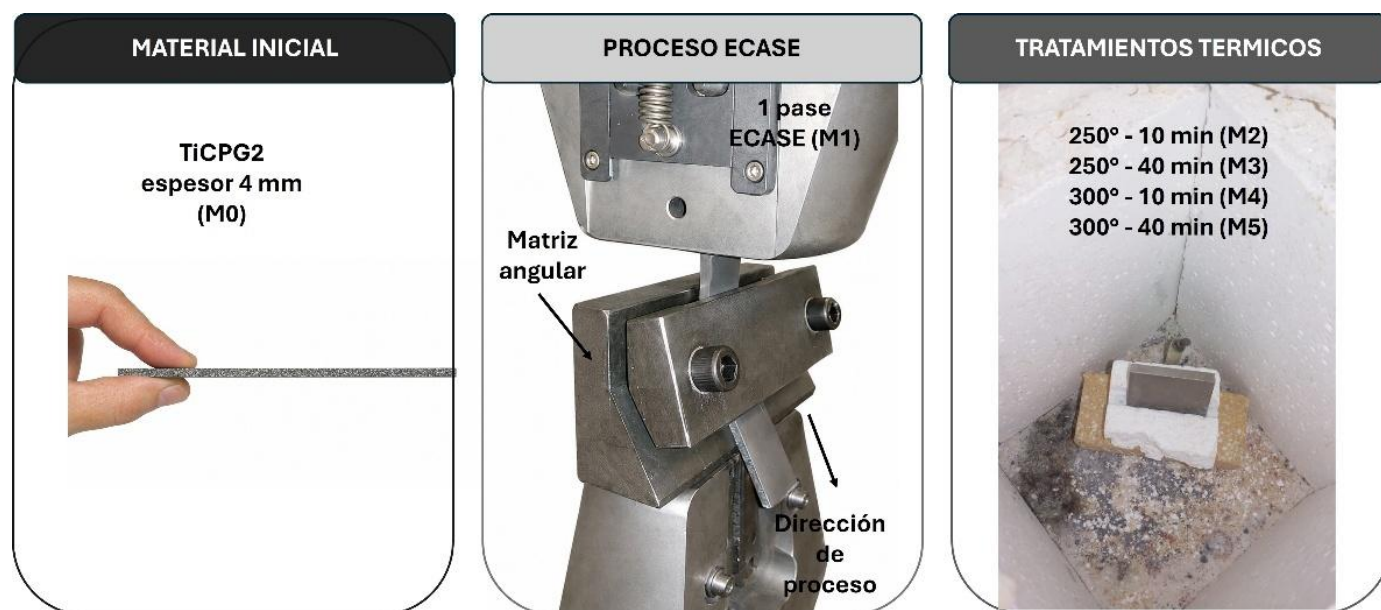


Figura 1: Esquema de procesamiento

La heterogeneidad mecánica se evaluó mediante perfiles de microdureza Vickers sobre la sección transversal de las muestras, empleando una carga de 50 gramos y un tiempo de aplicación de esta de 10 segundos. Las mediciones se realizaron en tres zonas representativas del espesor: centro y ambas superficies en contacto con el canal angular de la herramienta para deformar el material (Figura 1) con el fin de cuantificar las variaciones inducidas por las estrategias de procesamiento. Como parámetro comparativo se utilizó la amplitud de la heterogeneidad (ΔHV), definida como la diferencia entre las durezas medidas en las caras en contacto con la matriz y las correspondientes al centro de la muestra.

La caracterización microestructural se realizó mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD), determinándose el tamaño de grano, la orientación cristalográfica y la proporción de fases presentes en cada condición experimental. El análisis se efectuó diferenciando las zonas superficiales y la zona central de las muestras con el fin de establecer posibles relaciones entre la evolución microestructural y las variaciones de la respuesta mecánica local.

Resultados

Los perfiles de microdureza obtenidos (Figura 2 a) muestran que todas las condiciones estudiadas conservaron un gradiente de dureza a través del espesor presentando valores de dureza superiores en las caras respecto de la región central. Esta distribución es consistente con la naturaleza del proceso ECASE, donde las superficies en contacto con la matriz experimentan mayores esfuerzos de corte y en consecuencia deformación más intensa (Muñoz et al., 2021).

Si bien los tratamientos térmicos modificaron la magnitud de esta heterogeneidad, el gradiente de dureza no desapareció. La aleación recocida a 300 °C durante 40 minutos (M5) presentó los mayores valores absolutos de dureza superficial de todas las condiciones estudiadas (222 HV en la cara A y 213 HV en la cara B), mientras que la condición a 300 °C por 10 minutos (M4) mostró el mayor índice de heterogeneidad de 15%, como se muestra en la Figura 2 b.

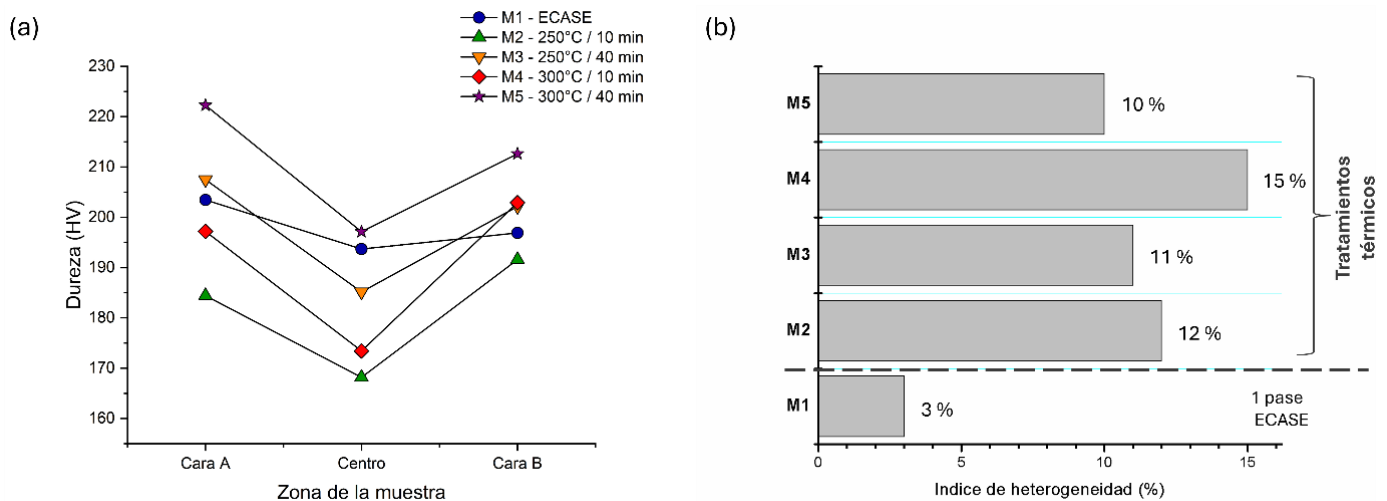


Figura 2: (a) Perfil de microdurezas a través de las zonas de las muestras, (b) Índice de heterogeneidad calculado a partir de mediciones de la microdureza.

La caracterización por EBSD mostró que las regiones superficiales mantuvieron tamaño de granos menores respecto del centro para la mayoría de las condiciones impuestas (Figura 3). Esto confirma que la deformación introducida por ECASE genera una distribución heterogénea, con un afinamiento de grano de mayor intensidad en las zonas del material sometido directamente a esfuerzos de corte. Aunque las diferencias de tamaño de grano no reprodujeron exactamente la evolución observada en la dureza para todas las condiciones, los tratamientos térmicos aplicados conservaron el gradiente microestructural generado por la deformación sin generar un crecimiento de grano significativo. Este comportamiento es consistente con el trabajo realizado en una aleación de titanio deformado por ECAP y sometido a tratamientos térmicos de baja temperatura donde el refinamiento de grano producido por deformación se mantuvo luego de los recocidos (Gu et al., 2025).

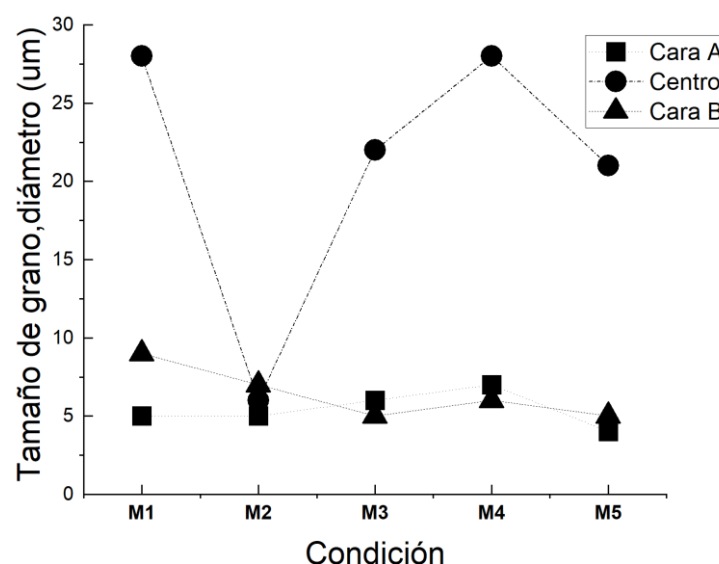


Figura 3: Tamaño de grano para las distintas condiciones de tratamiento.

La Figura 4 muestra mapas IPF representativos correspondientes a la condición M5, donde se observa la microestructura y orientación cristalográfica características resultantes de la acción combinada de la SPD y los tratamientos térmicos. En color

negro se destacan los bordes de alto ángulo ($>15^\circ$). En el interior de los granos pueden identificarse regiones con diferente respuesta de indexación respecto de la matriz HCP. Estas regiones fueron posteriormente investigadas mediante los mapas de fases.

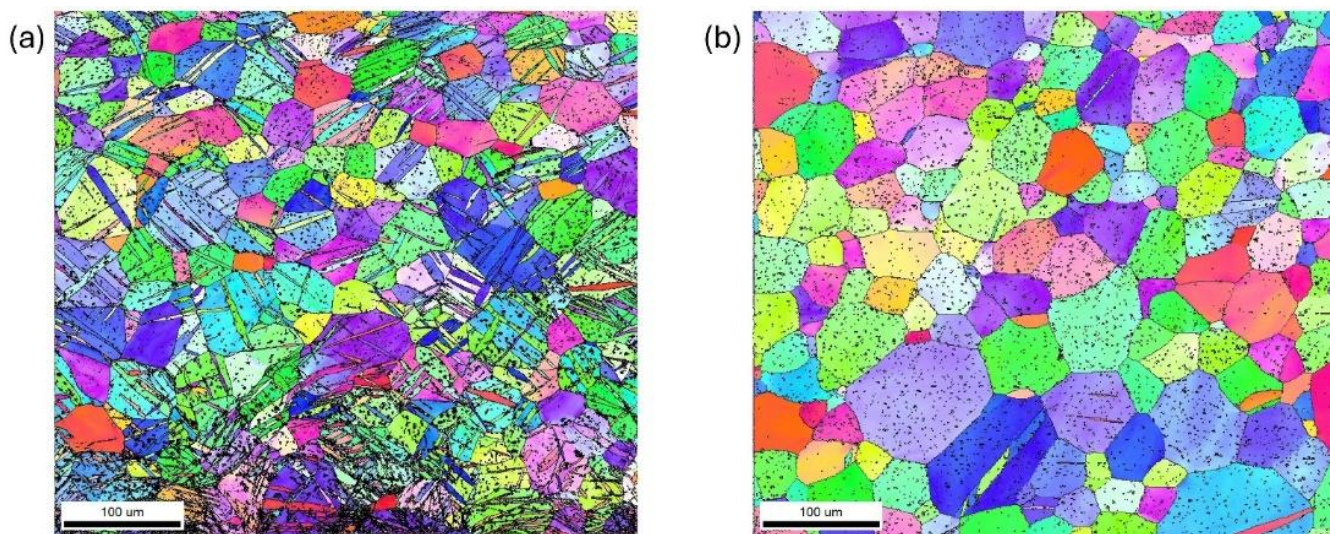


Figura 4: Mapas IPF representativos de la condición tratada a 300 °C durante 40 min: (a) superficie (b) centro.

El análisis de fases permitió identificar, además de la fase alfa hexagonal compacta (HCP) esperable, una fase atípica de estructura cúbica centrada en las caras (FCC), cuya proporción varió con los distintos procesos térmicos. En particular la condición 300 °C por 40 minutos (M5) presentó los mayores porcentajes de esta fase en ambas caras, coincidiendo con los mayores valores de dureza obtenidos experimentalmente. Si bien el origen de esta correlación requiere de estudios complementarios, la evolución de la fase FCC podría estar relacionada con los cambios microestructurales inducidos por los tratamientos térmicos de baja temperatura. Este aspecto deberá ser analizado en estudios posteriores.

Conclusiones

La deformación plástica severa mediante ECASE generó un gradiente mecánico y microestructural a través del espesor del Ti CP G2, caracterizado por mayor dureza y menor tamaño de grano en las regiones superficiales respecto del centro. Esta distribución se mantiene luego de los tratamientos térmicos de baja temperatura, mostrando que los recocidos no eliminan la heterogeneidad lograda por la deformación plástica severa.

Entre las condiciones estudiadas el tratamiento a 300 °C por 10 minutos produjo la mayor heterogeneidad mecánica, mientras que el recocido a 300 °C durante 40 minutos produjo los mayores valores de dureza superficial y la mayor fracción de fase FCC en las caras de la muestra.

En conjunto los resultados muestran que la combinación de ECASE y los tratamientos térmicos de baja temperatura constituye una herramienta para modular la heterogeneidad mecánica y microestructural en el Ti CP G2 sin modificar la composición química, ofreciendo una alternativa para aplicaciones donde el desempeño superficial resulta crítico.

Utilización de IA generativa / herramientas IA

Declaro la utilización de la herramienta IA ChatGPT (OpenAI) para su uso en la edición de la Figura 1, limitándose a la eliminación de fondo sin modificar el contenido experimental. También se utilizó para la revisión de la redacción. Confirmando que luego de la utilización, los contenidos obtenidos fueron revisados, constatados y editados, asumiendo plena responsabilidad por el contenido presentado en el presente trabajo.

Referencias

- Eliaz, N. (2019). Corrosion of metallic biomaterials: A review. *Materials*, 12(3), 407. <https://doi.org/10.3390/ma12030407>
- Geetha, M., Singh, A. K., Asokamani, R., & Gogia, A. K. (2009). Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review. *Progress in Materials Science*, 54(3), 397–425. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.06.004>
- Gu, Y., Jiang, J., Ma, A., Gu, Y., Yang, Z., Wu, H., Song, C., Yang, Q., & Ni, C. (2025). Effect of low-temperature short-time annealing on the microstructure and properties of ultrafine-grained pure titanium. *Materials*, 18(3), 517. <https://doi.org/10.3390/ma18030517>
- Humphreys, F. J., & Hatherly, M. (2004). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (2nd ed.). Elsevier.
- Kaur, M., & Singh, K. (2019). Review on titanium and titanium based alloys as biomaterials for orthopaedic applications. *Materials Science and Engineering C*, 102, 844–862. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.04.064>
- Li, Y., Yang, C., Zhao, H., Qu, S., Li, X., & Li, Y. (2014). New developments of Ti-based alloys for biomedical applications. *Materials*, 7(3), 1709–1800. <https://doi.org/10.3390/ma7031709>
- Muñoz, J. A., Melia, M., Avalos, M., & Bolmaro, R. E. (2021). Equal channel angular sheet extrusion (ECASE) produces twinning heterogeneity in commercially pure titanium. *Materials Characterization*, 181, 111460. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111460>
- Valiev, R. Z., Estrin, Y., Horita, Z., Langdon, T. G., Zehetbauer, M. J., & Zhu, Y. (2016). Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation: Ten years later. *JOM*, 68(4), 1216–1226. <https://doi.org/10.1007/s11837-016-1820-6>
- Valiev, R. Z., Sergueeva, A. V., & Mukherjee, A. K. (2003). The effect of annealing on tensile deformation behavior of nanostructured SPD titanium. *Scripta Materialia*, 49(7), 669–674. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(03\)00395-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(03)00395-6)