

## EFFECTO DEL TRATAMIENTO TÉRMICO SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LA ALEACIÓN Ti6Al4V PROCESADA MEDIANTE FUSIÓN SELECTIVA POR LÁSER

*N. Rodríguez, A.M. Mancisidor, F. Garciandía, P. Álvarez*

IK4-LORTEK. Arranomendi kalea 4A, 20240 Ordizia, España  
[nrodriguez@lortek.es](mailto:nrodriguez@lortek.es), [ammancisidor@lortek.es](mailto:ammancisidor@lortek.es) (+34 943 88 23 03)

**Resumen:** Este estudio analiza el efecto de diversos tratamientos térmicos sobre el comportamiento durante el ensayo de tracción de la aleación de titanio Ti6Al4V cuando ésta es procesada mediante una tecnología de fabricación aditiva basada en un proceso de fusión en cama de polvo: Fusión Selectiva por Láser (FSL). Las características térmicas del proceso FSL generan una microestructura acicular que limita la ductilidad de la aleación Ti6Al4V. La aplicación de tratamientos térmicos tras la fabricación tiene como objetivo maximizar las propiedades mecánicas de la aleación Ti6Al4V procesada por FSL. Así, los tratamientos que incluyen la aplicación simultánea de presión y temperatura dan lugar a incrementos en el alargamiento a rotura de esta aleación superiores al 40% respecto a los valores mostrados por las muestras procesadas por FSL sin tratamiento. Adicionalmente, la formación de una capa superficial de óxido frágil durante los tratamientos limita las propiedades mecánicas finales, haciéndose necesaria su eliminación.

**Palabras clave:** Fusión Selectiva Láser (FSL), Ti6Al4V, microestructura acicular, tratamiento térmico, HIP, propiedades en tracción.

### 1. INTRODUCCIÓN.

La Fabricación Aditiva (FA) engloba una serie de tecnologías basadas en la construcción de piezas másicas, volumétricas, directamente a partir de archivos generados por ordenador que aportan datos en las tres dimensiones a partir de un modelo y usualmente aplicando la materia prima capa a capa.

La FA engloba diferentes procesos que incluyen diferentes tipos de materiales (plásticos, metales, cerámicas o composites), diferentes técnicas de depósito y diferentes formas de fundir y solidificar los materiales que se aplican. Entre estas tecnologías, la Fusión Selectiva por Láser (FSL) está basada en un proceso de fusión de la materia prima que se encuentra dispuesta en forma de cama de polvo (i.e. “*powder bed fusion processes*”). En el caso de la FSL un láser de alta potencia funde localmente sucesivas capas de materia prima en forma de polvo para producir componentes metálicos de geometría compleja. El ciclo térmico al que es sometido el material base, donde la fusión es localizada y la velocidad de solidificación es muy elevada, da lugar a microestructuras y propiedades mecánicas únicas. Entre las ventajas del proceso FSL destacan: un menor tiempo de desarrollo y comercialización de los productos, una mayor tasa de utilización de la materia prima con formas de producto próximas a la forma final, producción de las piezas basada directamente en un modelo CAD y un elevado nivel de flexibilidad en el diseño de las piezas. Sin embargo, la aplicación de la tecnología FSL plantea una serie de retos. Este proceso se caracteriza por presentar elevados gradientes térmicos, como se ha mencionado anteriormente, elevada transferencia de calor muy localizada y durante un breve periodo de tiempo, que resultan en la acumulación de tensiones térmicas y

distorsiones. Además las elevadas velocidades de enfriamiento pueden dar lugar a fenómenos de segregación y formación de fases de no-equilibrio. Se ha observado también que las piezas fabricadas por SLM presentan anisotropía en sus propiedades debido al procesamiento “capa a capa” [1-9]. Las características del baño de fundido conseguido durante el procesamiento por FSL (estabilidad del baño, dimensiones y comportamiento del mismo) determinarán tanto la porosidad remanente como la rugosidad superficial en las piezas lo que repercutirá en las propiedades mecánicas de las mismas [5]. Actualmente es habitual optimizar los parámetros de procesado por FSL para obtener piezas libres de defectos (poros, faltas de fusión y grietas fundamentalmente), con una elevada densidad y adecuada calidad superficial [8,9].

En sectores industriales como el aeroespacial las especificaciones técnicas que se deben cumplir son muy exigentes, por lo que la aplicación de tratamientos térmicos y superficiales después de la fabricación por FSL es necesaria para reducir la porosidad, modificar la microestructura y conseguir una optimización de las propiedades mecánicas (especialmente la ductilidad) y la calidad superficial de las piezas [10,11]. Un tratamiento efectivo en reducir la porosidad y cerrar pequeñas grietas presentes en muestras de FSL es la compresión isostática en caliente, conocida como HIP de sus siglas en inglés (Hot Isostatic Pressing), que consiste en aplicar temperatura y presión isostática simultáneamente [12-14]. Además de las ventajas de eliminación de la porosidad y la mejora de propiedades mecánicas, los tratamientos de post-procesado permiten la reducción de tensiones internas que se generan durante la fabricación por FSL [3,12].

En el presente trabajo se estudia el efecto de la aplicación de diversos tratamientos térmicos, tratamientos térmicos convencionales realizados en vacío y tratamientos térmicos basados en la aplicación de HIP, en las propiedades mecánicas (resistencia a tracción y ductilidad) de piezas fabricadas en Ti6Al4V por FSL.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

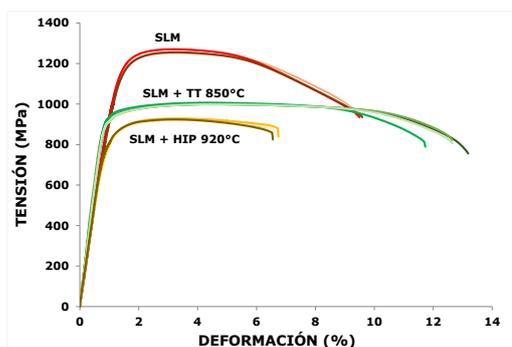
En este trabajo se ha procesado la aleación de Titanio Ti6Al4V mediante FSL. Para ello se ha empleado dicha aleación en forma de polvo metálico fino producido por atomización en gas con un tamaño de partícula entre 10 y 45  $\mu\text{m}$  y con morfología esférica, lo que facilita la fluidez del material.

Para el análisis del comportamiento mecánico de esta aleación se han fabricado probetas de tracción empleando una máquina del fabricante *SLM Solutions*, SLM 280HL, equipada con un láser de potencia máxima 400W y aplicando parámetros de proceso óptimos, determinados en trabajos previos. Las probetas así fabricadas se han sometido a dos tipos de tratamiento térmico. En el tratamiento térmico denominado como convencional se ha aplicado un calentamiento en vacío hasta 850°C, realizando un mantenimiento a esta temperatura de 5 horas. En los tratamientos térmicos mediante compresión isostática en caliente, se han realizado ciclos a dos temperaturas máximas de mantenimiento, 850°C y 920°C respectivamente, aplicando una presión isostática de 100 MPa y un tiempo de mantenimiento de 2 horas en atmósfera inerte (Ar) en ambos casos. Para la caracterización microestructural se han preparado las muestras mediante el procedimiento metalográfico habitual aplicado en aleaciones basadas en Titanio. La observación de las mismas se ha llevado a cabo en un microscopio óptico modelo GX51 de Olympus y mediante microscopía electrónica de barrido en un equipo FE-SEM de Zeiss. Los ensayos mecánicos de tracción se han realizado en una máquina universal de ensayos Zwick Roell Z100.

## 3. RESULTADOS.

En la Figura 1 se muestran las curvas tensión-deformación obtenidas durante los ensayos de tracción de muestras fabricadas mediante FSL sin tratamiento térmico (referencia: SLM) y se comparan con los resultados obtenidos para muestras tratadas con posterioridad, esto es, muestras tratadas mediante tratamiento térmico convencional posterior a la fabricación (referencia: SLM+TT850°C) y tratadas mediante compresión isostática en caliente posterior a la fabricación (referencia: SLM+HIP920°C). Adicionalmente, la Tabla 1 incluye los valores numéricos de las propiedades obtenidas durante estos ensayos.

Si se comparan estos resultados entre sí, se observa un descenso de la resistencia a tracción de las muestras tratadas frente a las muestras sin tratamiento térmico y un aumento significativo de la ductilidad en el caso de la aplicación de un tratamiento convencional en vacío a



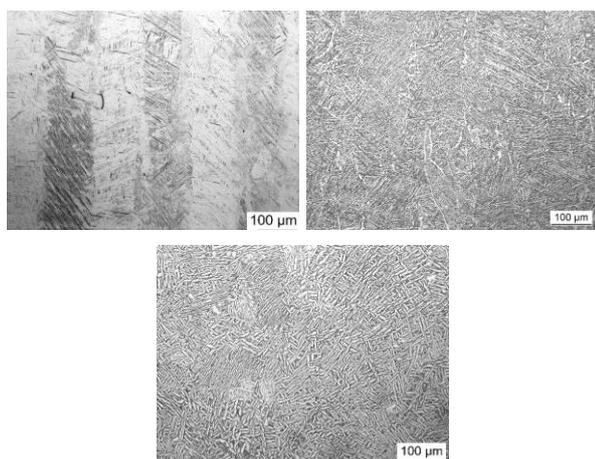
**Figura 1.** Curvas tensión-deformación obtenidas para probetas fabricadas mediante FSL con y sin tratamiento térmico posterior.

850°C. Las propiedades mecánicas obtenidas tras la fabricación por FSL y tras aplicar un tratamiento térmico convencional después de la fabricación son similares a las reportadas por otros autores [12,15]. Sin embargo, la ductilidad de las muestras tratadas mediante HIP a 920°C es inferior a la esperada (<6%).

**Tabla 1.** Valores obtenidos para la tensión de fluencia, resistencia a tracción y alargamiento a rotura para probetas fabricadas mediante FSL con y sin tratamiento térmico posterior.

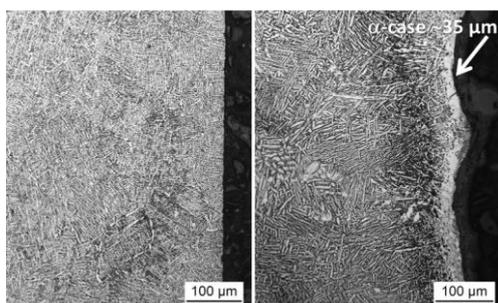
Ref.	R <sub>p0.2</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A (%)
SLM	1100±10	1260±10	8.5±0.2
SLM+TT850°C	915±10	1000±5	11.9±0.6
SLM+HIP920°C	800±10	920±5	5.7±0.1

La caracterización microestructural de las muestras ayuda a explicar los resultados obtenidos en los ensayos de tracción. En la Figura 2 se incluyen algunas de las imágenes obtenidas mediante microscopía óptica. Tras la fabricación por FSL se observa una microestructura acicular, martensítica ( $\alpha'$ ), muy fina, derivada de las elevadas velocidades de fusión y solidificación durante el proceso FSL, que da lugar a una elevada resistencia a tracción y a una elongación limitada (i.e. 1260 MPa, 8.5%). Tras el tratamiento térmico en vacío a 850°C, por debajo de la temperatura  $\beta$ -transus (~955°C), la estructura martensítica se transforma en una mezcla de fases  $\alpha$  y  $\beta$ , donde la fase  $\alpha$  se presenta como agujas finas. Además de esta transformación de la fase  $\alpha'$  se observa un engrosamiento microestructural que explica la disminución de la resistencia mecánica y el aumento de la ductilidad en estas muestras (i.e. 1000 MPa, ~12%) [12, 15-17]. En el caso de las muestras tratadas posteriormente mediante compresión isostática en caliente a 920°C, se observa una microestructura similar a la descrita con anterioridad, en la que se detecta la presencia de las fases  $\alpha$  y  $\beta$ . En este caso, debido a la mayor temperatura de mantenimiento se observa un engrosamiento microestructural respecto de las muestras tratadas en vacío a 850°C. Sin embargo y como se ha comentado anteriormente, el aumento del tamaño de grano no proporciona un aumento en la ductilidad de estas muestras, donde el alargamiento a rotura es en todos los casos inferior al 6%.



**Figura 2.** Microestructuras obtenidas mediante microscopía óptica en las siguientes situaciones: tras la fabricación por FSL, ref.: SLM (arriba, izquierda), tras el tratamiento térmico convencional a 850°C, ref.: SLM+TT850°C (arriba, derecha) y tras el tratamiento mediante HIP 920°C, ref.: SLM+HIP920°C (abajo).

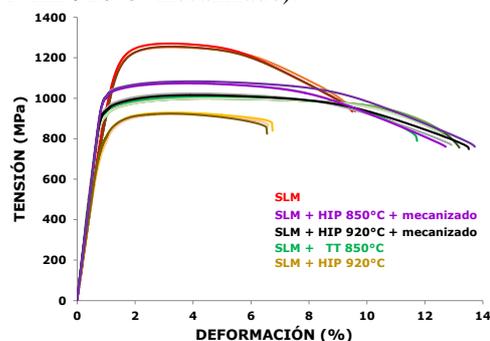
El análisis de la superficie de las probetas de tracción en muestras tratadas mediante HIP tras la fabricación por FSL refleja la presencia de una capa superficial de óxido frágil. Esta capa, comúnmente denominada como  $\alpha$ -case se caracteriza por ser dura y frágil, lo que induce la nucleación de grietas superficiales en las piezas cuando estas se someten a una sollicitación externa y afecta directamente a la ductilidad del material [18]. Si se comparan las superficies libres de las muestras tratadas convencionalmente con aquellas tratadas mediante HIP, en el caso del tratamiento convencional en vacío no se observa la presencia de fases distintas a las presentes en el interior del material. En cambio, en el caso de las muestras tratadas por HIP, la fase  $\alpha$ -case (más brillante) presenta un espesor de entre 30 y 40  $\mu\text{m}$  (para más detalle ver Figura 3).



**Figura 3.** Evaluación mediante FE-SEM de las características superficiales de las muestras procesadas mediante FSL y sometidas a diversos tratamientos: tratadas convencionalmente en vacío (a la izquierda) y tratadas mediante HIP a 920°C (a la derecha).

Con el objetivo de evaluar el efecto de la fase  $\alpha$ -case superficial sobre la ductilidad de las muestras de Ti6Al4V procesadas por FSL y tratadas posteriormente mediante HIP, se han realizado tratamientos adicionales de compresión isostática en caliente a dos temperaturas máximas de mantenimiento distintas: 920°C y 850°C respectivamente. Esta última temperatura se ha elegido para evitar el crecimiento de grano observado a 920°C.

Tras el tratamiento por HIP las muestras se han mecanizado para eliminar la capa frágil antes de la realización de los ensayos mecánicos. Los resultados obtenidos en cada caso se muestran en la Figura 4. A los resultados mostrados en la Figura 1 se han añadido los resultados en: muestras fabricadas mediante FSL, tratadas mediante compresión isostática en caliente posterior a la fabricación y finalmente mecanizadas antes del ensayo (refs.: SLM+HIP850°C+mecanizado y SLM+HIP920°C+mecanizado).



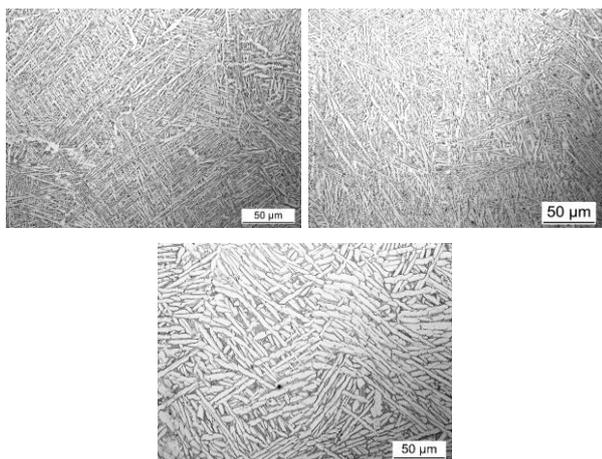
**Figura 4.** Curvas tensión-deformación obtenidas para probetas fabricadas mediante FSL con y sin tratamiento térmico posterior. Adicionalmente, las muestras tratadas mediante HIP se han sometido a un mecanizado previo al ensayo de tracción.

Como era de esperar, se obtiene una mejora significativa de la ductilidad después de eliminar la capa frágil  $\alpha$ -case, alcanzando y superando los valores conseguidos con el tratamiento convencional en vacío. Se consigue un incremento del 47% en la ductilidad con respecto al estado de fabricación. De esta forma, se puede concluir que esta fase es la responsable de la rotura prematura de las muestras a menores valores de deformación en las muestras no mecanizadas tras HIP a 920°C. En lo que se refiere a la resistencia en tracción, existen ligeras diferencias entre las muestras sometidas a un post-procesado basado en HIP920°C+mecanizado y aquellas sometidas a tratamiento convencional.

El análisis microestructural de las muestras sometidas a los tratamientos de HIP a 850°C y 920°C respectivamente, evidencia un menor crecimiento de grano en aquellas probetas tratadas a 850°C. De hecho, las muestras tratadas por HIP-850°C presentan un tamaño de grano similar al observado en las probetas tratadas de forma convencional a esta misma temperatura. El afino microestructural conseguido a 850°C, cuando se compara con 920°C, explica comparativamente la mayor resistencia lograda para las referencias: SLM+HIP850°C+mecanizado frente a SLM+HIP920°C+mecanizado (ver Figura 4 y 5). Adicionalmente, la presencia de poros o defectos es mínima en las probetas tratadas por HIP-850°C, alcanzando una densidad cercana al 100%. Es decir, 850°C es una temperatura efectiva para cerrar los poros remanentes en el estado de fabricación.

#### 4. CONCLUSIONES.

- La microestructura resultante de muestras fabricadas por FSL para la aleación Ti6Al4V es una



**Figura 5.** Microestructuras observadas para las muestras obtenidas: mediante procesamiento FSL y tratamiento convencional a 850°C (arriba, izquierda), mediante procesamiento FSL, tratamiento HIP a 850°C y mecanizado posterior (arriba, derecha), y mediante procesamiento FSL, tratamiento HIP a 920°C y mecanizado posterior (abajo).

microestructura acicular, martensítica ( $\alpha'$ ), que se caracteriza por presentar una ductilidad limitada.

- La aplicación de tratamientos térmicos posteriores a la fabricación por FSL busca aumentar la ductilidad de las muestras en Ti6Al4V. En este trabajo se estudia la aplicación de tratamientos térmicos denominados convencionales, en vacío, a una temperatura inferior a la temperatura  $\beta$ -transus, o la aplicación de tratamientos que emplean simultáneamente temperatura y presión (compresión isostática en caliente o HIP de la terminología en inglés).

- La baja ductilidad obtenida en aquellas muestras sometidas a ciclos de compresión en caliente a 920°C se asocia a la presencia de una capa de óxido frágil denominada  $\alpha$ -case.

- La eliminación de la capa de óxido frágil mediante mecanizado posterior al tratamiento incrementa los valores de ductilidad determinados en las muestras.

- El tratamiento por compresión isostática en caliente (850°C, 100MPa) permite cerrar la porosidad de las muestras (densidad superior al 99.9%), obteniéndose microestructuras finas con una buena combinación de resistencia y ductilidad. La eliminación de la capa frágil  $\alpha$ -case mediante mecanizado permite obtener valores de  $R_m \approx 1080$  MPa con alargamientos a rotura de en torno al 12%.

## 9. REFERENCIAS

[1] C. Industrial, “Design guidelines for Direct Metal Laser Sintering (DMLS)”, 2014.  
 [2] B. Vrancken, L. Thijs, J. P. Kruth and J. Van Humbeeck, “Microstructure and mechanical properties of a novel  $\beta$  titanium metallic composite by selective laser melting”, *Acta Mater.*, vol. 68, pp. 150–8, 2014.  
 [3] M. Thöne, S. Leuders, A. Riemer, T. Tröster, “Influence of heat-treatment on selective laser melting products, e.g. Ti6Al4V” in *Solid Freeform Fabrication Symposium*, pp. 492–8, 2012.  
 [4] Fundación COTEC, “Fabricación aditiva”

[5] L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. Van Humbeeck and J.-P. Kruth, “A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V”, *Acta Mater.*, vol. 58, no. 9, pp. 3303–12, 2010.

[6] “Additive manufacturing: opportunities and constraints”, Royal Academy of Engineering, 2013.

[7] “Additive Manufacturing: Pursuing the Promise”, U.S. Department of Energy, 2011.

[8] H. Gu, H. Gong, D. Pal, K. Rafi, T. Starr, “Influences of Energy Density on Porosity and Microstructure of Selective Laser Melted 17-4PH Stainless Steel”, *Solid Freeform Fabrication Symposium*, pp. 474–89, 2013.

[9] H. Gong, K. Rafi, T. Starr and B. Stucker, “The Effects of Processing Parameters on Defect Regularity in Ti6Al4V Parts Fabricated By Selective Laser Melting and Electron Beam Melting”, *24<sup>th</sup> Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*, pp. 424–39, 2013.

[10] K. Alrbaey, D. Wimpenny, R. Tosi, W. Manning and A. Moroz, “On optimization of surface roughness of selective laser melted stainless steel parts: a statistical study”, *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 23, no. 6, pp. 2139–48, 2014.

[11] I. Tolosa, F. Garciandia, F. Zubiri and F. Zapirain, “Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by selective laser melting following different manufacturing strategies” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 5, pp. 639–47, 2010.

[12] B. Vrancken, L. Thijs, J.-P. Kruth and J. Van Humbeeck, “Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties”, *J. Alloys Compd.*, vol. 541, pp. 177–85, 2012.

[13] L. E. Murr, S. A. Quinones, S. M. Gaytan, M. I. Lopez, A. Rodela, E. Y. Martinez, D. H. Hernandez, E. Martinez, F. Medina and R. B. Wicker, “Microstructure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V produced by rapid-layer manufacturing for biomedical applications” *J. of Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 2, no. 1, pp. 20–32, 2009.

[14] K. Zhang, J. Mei, N. Wain and X. Wu, “Effect of Hot-Isostatic-Pressing Parameters on the Microstructure and Properties of Powder Ti-6Al-4V Hot-Isostatically-Pressed Samples”, *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 41, no. 4, pp. 1033–45, 2010.

[15] C. Qiu, N. J. E. Adkins and M. M. Attallah, “Microstructure and tensile properties of selectively laser-melted and of HIPed laser-melted Ti-6Al-4V”, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 578, pp. 230–9, 2013.

[16] N. Poondla, T. S. Srivatsan, a. Patnaik, and M. Petraroli, “A study of the microstructure and hardness of two titanium alloys: Commercially pure and Ti6Al4V”, *J. Alloys Compd.*, vol. 486, no. 1–2, pp. 162–167, 2009.

[17] P. Pinke and M. Réger, “Heat treatment of the casted Ti6Al4V titanium alloy”, pp. 1–6.

[18] G. Lutjering, J.C. Williams, and A. Gysler, *Microstructure and properties of materials*. 2000, pp. 1–77.