

FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LÁMINAS DELGADAS EN LA ALEACIÓN Au-Ti

**CLAUDIA PATRICIA SERNA GIRALDO⁽¹⁾, HÉCTOR SÁNCHEZ LONDOÑO⁽¹⁾,
JULIÁN TOBÓN MORENO⁽²⁾, ALEJANDRO OROZCO ARROYAVE⁽³⁾**

(1) Investigador GIPIMME. Docente Departamento de Ingeniería Metalúrgica y de Materiales, Universidad de Antioquia, calle 67 No 53-108, bl 18 of 136 Ciudad Universitaria, Medellín, Colombia. Teléfono 2195540-2195543

(2) Estudiante de Maestría en Ingeniería, Universidad de Antioquia, calle 67 No 53-108, bl 18 of 240, Ciudad Universitaria, Medellín, Colombia. Teléfono 2195540

*(3) Ingeniero de Materiales, Universidad de Antioquia, calle 67 No 53-108, bl 18 of 240, Ciudad Universitaria, Medellín, Teléfono 2195540
Colombia*

E-mail (autor de contacto): claserna@udea.edu.co

RESUMEN

Aleaciones Au-Ti con porcentaje de Ti menor del 2% presentan excelentes propiedades mecánicas manteniendo su alta ley, siendo estas características bastante atractivas en joyería. En este trabajo se estudió el comportamiento metalúrgico mediante análisis de microestructuras y de microdureza de la aleación Au-1.0% Ti sometida a deformación en frío por laminación.

Se fabricó la aleación Au-1%Ti en un horno plasma con atmósfera controlada. Se analizó el tratamiento térmico de homogenización a 980°C durante una hora. Se realizó laminación en frío hasta el 70 % de reducción de espesor, y posterior tratamiento térmico de recristalización. Los parámetros de recristalización se determinaron con DSC y variando temperatura y tiempo. Se utilizó temperatura 500°C durante cinco minutos.

La caracterización de la aleación se realizó mediante metalografía, microdureza y microscopia electrónica de barrido, se realizaron ensayos de EDS y de microcopelación para estudios de composición química.

Los resultados muestran que, el tratamiento térmico de homogenización fue adecuado. La aleación Au-1% Ti laminada en frío hasta el 70% de reducción de espesor presenta un comportamiento dúctil, y es recomendable realizar recristalización para continuar deformando.

Durante el tratamiento de recristalización pueden ocurrir fenómenos combinados de recristalización y envejecimiento que modifican la respuesta a la dureza. Fue posible obtener una reducción de espesor del 86% con dureza final de 85.6 HV, bastante superior a la del oro de alta ley. Esto hace la aleación Au-1%Ti atractiva para aplicaciones en joyería y otras aplicaciones industriales, que requieren la utilización de oro de alta ley.

PALABRAS CLAVES

Aleaciones Au-Ti, oro alta ley, recristalización

FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF THIN SHEETS OF Au – Ti ALLOY

ABSTRACT

Au – Ti alloys, with less than 2% Ti, have excellent mechanical properties as well as a high Au content, and are very attractive in jewelry applications. In this work the metallurgical behavior of the Au – 1.0%Ti alloy was studied through microstructural analysis and microhardness, when a cold rolling deformation process is applied.

Au -1%Ti was made in a plasma furnace with controlled atmosphere. Homogenization heat treatment was carried out at 980° C during one hour. Cold rolling was applied up to 70% thickness reduction, and then annealed. Recrystallization parameters were determined by Differential Scanning Calorimetry and tests varying temperature and time and hardness measuring. Recrystallization temperature was 500° C during 5 minutes.

Alloy characterization was carried out through optical metallography, microhardness (HV) and SEM; EDS tests were performed as well as micro copelation for the chemical composition determination of the raw materials and the alloy.

Results showed that, for the conditions of melting, the homogenization heat treatment was adequate. Au -1%Ti alloy cold rolled up to 70% is ductile and it is advisable to anneal before deforming further. It was determined that during the recrystallization treatment combined phenomena of recrystallization and ageing could modify the answer to hardness. It was possible to obtain a 86% thickness reduction with final hardness of 85.6 HV, very superior to high grade gold. For these reasons the Au – 1%TI ally developed is very attractive for jewelry and other industrial applications, where high grade gold is necessary.

KEY WORDS

Au – Ti alloys, high grade gold, recrystallization

1. INTRODUCCIÓN

Debido a que el oro puro presenta bajas propiedades mecánicas, un sinnúmero de estas se pueden modificar con la adición de aleantes al oro, estas propiedades se ven reflejadas en cambios estructurales que derivan en un comportamiento mecánico diferente dependiendo el tipo de aleante.

Particularmente, la adición de titanio hasta un máximo de 2% en peso le confiere al oro una respuesta favorable al tratamiento térmico de homogenización y posterior envejecimiento que va en pro de sus propiedades mecánicas; como el aumento de la dureza, fuerza tensil y en general aporta a la resistencia mecánica de la pieza que se requiera obtener. ^[1] En condiciones de equilibrio, se obtiene una aleación bifásica, compuesta por la fase α del oro y compuesto intermetálico TiAu_4 ^[2], el cual se aloja en los límites de grano, endureciendo y fragilizando la aleación. En la figura 1 se muestra el diagrama de fases Au-Ti en la cual se resalta la región con menos del 2% de Titanio.

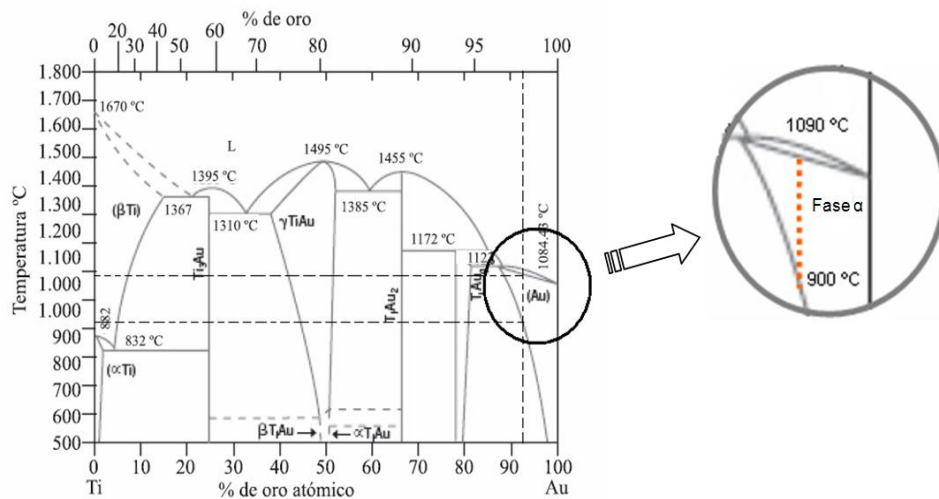


Figura 1. Diagrama de equilibrio Au-Ti. ^[2]

Varios autores han investigado el efecto de la adición de Titanio al oro. En 1989 Geoffrey Gafner ^[3], desarrolló una aleación Au-1%, en la cual se investigó y se avanzó en lo referente a las propiedades mecánicas y se lograron definir los parámetros para la consecución de una aleación de alta ley, de buen color, con excelentes propiedades como el aumento de la dureza, fuerza tensil y en general el aporte a la resistencia mecánica de la pieza que se requiera obtener, que la hacen perfectamente utilizable para la producción de joyería forjada y alambres finos de enlace para dispositivos electrónicos. En 1992 G. Humpsson y D. M Jacobson ^[4] ampliaron el estudio del comportamiento de esta aleación tratada térmicamente por envejecimiento y la aplicaron a la fabricación de hilos de alta resistencia para la industria electrónica. Esta aleación

fue investigada por varias corporaciones privadas las cuales la incluyeron en la norma ISO 9693, con una composición de 97.9- 98.7 % de Au 1.7 % de Ti y con adiciones de In, Rh,y Nb. Siendo esta la primera evidencia de la utilización la aleación Au-Ti, como biomaterial odontológico. Fischer, J^[5] en su investigación reportó que el aumento significativo de la propiedades mecánicas en especial la dureza ocurre cuando se adiciona mayor porcentaje de titanio, debido a la formación del compuesto intermetálico TiAu₄. H. Sánchez en 2006^[1], muestra los resultados obtenidos al fabricar y caracterizar una aleación Au-1,7%Ti, para aplicaciones odontológicas. Este material mostró buenas propiedades electroquímicas y mecánicas, comparativamente con el oro puro, la aleación Au-Pd-Ga-In y la aleación Ti6Al4V utilizadas especialmente para aplicaciones odontológicas. Se proponen algunas posibles explicaciones para el comportamiento del material, por el mecanismo de endurecimiento por envejecimiento, cuando el titanio está en una estructura coherente con la matriz.

R. Medina en 2008^[6], estudió las variables de tiempo y temperatura con el fin de aumentar la dureza de las aleaciones de Au – 1.7% Ti, mediante tratamientos térmicos de homogenización y posterior envejecimiento; centrándose en el fabricación de prototipos para joyería por fundición a la cera perdida. Encontró que puede ser usado satisfactoriamente en esta aplicación, ya que posee el brillo, el color del oro puro y supera las propiedades mecánicas de las aleaciones de joyería comerciales de 18 quilates.

La fabricación de joyas por lo general implica un cierto grado de deformación, lo que también aumenta la dureza del material. Mintek^[7] reporta en su investigación de oro duro de 22 quilates la respuesta al endurecimiento por deformación, pues se muestra un aumento significativo en la dureza después de sólo un 25% deformación. El trabajo de Gafner^[3] reporta que la aleación Au-1%Ti alcanza por envejecimiento una dureza de 125HV, y al ser deformado hasta 80% llega a una dureza máxima de 180 HV, la cual es muy alta para un oro de alta pureza. En aplicaciones de joyería de productos laminados, pueden requerirse mayores deformaciones, por lo que se hace necesario aplicar un tratamiento de recristalización. Guojun Qi y Sam Zhang^[8] en 1995 elaboraron mapas de recristalización en los cuales correlacionaron la deformación, la temperatura en aleaciones de oro "duro" y "medio duro", para la implementación de cables finos. Las diferencias en las aleaciones se logran por diferentes dopantes presentes en los materiales (Ca y Be). Las durezas son similares en porcentajes de deformación hasta el 90 %. La diferencia radica en la temperatura de recristalización, la cual es mayor en la aleación de oro duro. En estado totalmente recocido, los dos tipos de materiales de oro poseen durezas similares de entre 35 y 40 HV.

En este trabajo se estudia el efecto de la deformación en frío por laminación y tratamiento térmico posterior para la aleación Au-1.0%Ti, desarrollada por el grupo GIPIMME de la Universidad de Antioquia.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para la fabricación de la aleación, se utilizaron oro y titanio de alta pureza. Debido a que comercialmente no es fácil conseguir oro puro, en este caso se utilizó oro de 14 y 15 quilates, y éste se sometió al proceso de refinamiento por el método de ácido nítrico. Este método consiste en disolver el oro con cobre electrolítico en una relación 1:3 en peso, en una solución de ácido nítrico con temperatura controlada, esta disolución favorece la precipitación del oro puro.

Para la fusión de la aleación Au-Ti se utilizó el horno de plasma con atmósfera de argón y los parámetros utilizados se muestran en la tabla 1. Posterior a la fusión, éste fue centrifugado durante 30 segundos y vaciados en un molde fabricado por el método a la cera perdida y precalentado a 200°C, para obtener una chapa de 20 mm x 10mm x 2 mm.

Corriente	110 Å	
Gas	Argón	
Flujo de Gas	80 (ft ³ /h ó mayor)	
Tiempo de sostenimiento (seg)	300	
Temperatura refractario y crisol	900°C	
Carga 1	Au = 7,6530 g	Ti= 0,15850g+5% perdidas = 0,16645g
Carga 2	Au = 7,6530 g	Ti= 0,1532g + 5% perdidas = 0,1609g

Tabla 1. Parámetros de fusión de la aleación Au-Ti.

La chapa fue sometida a tratamiento térmico de homogenización de 980°C durante una hora. Posteriormente fue sometida a un proceso de laminación en frío, recristalización y nueva laminación para llegar al espesor de 0.3 mm. En este proceso, inicialmente fue realizada la laminación frío hasta 70% de reducción del espesor. Luego, fue necesario determinar el tratamiento más adecuado de recristalización. A la muestra laminada al 70%, se le realizó un ensayo de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para apoyar la determinación de la temperatura de recristalización. Este ensayo se realizó en un equipo un DSC Q200 V24.2 Build 107. El ciclo de calentamiento fue desde la temperatura ambiente hasta 500°C con una tasa de calentamiento de 20°C por minuto.

También fueron realizados tratamientos térmicos a 450°C, 500°C y 550°C en tiempos de 2, 5, 10, 20, 30 y 60 minutos. Basados en los resultados de microdureza se determinó el tratamiento de recristalización a 500°C durante 5 minutos, para continuar con la laminación hasta 0.3 mm de espesor.

La caracterización microestructural de la aleación se hizo en las condiciones *as cast*, homogenizada, laminada en frío (14%, 29%, 40 %, 50%, 60%, 70%), recristalizada y laminada hasta 0.3 mm. En las condiciones *as cast* y homogenizada se analizó la sección transversal. En la condición laminada, se analizó la sección paralela a la dirección de laminación. Para esto, las muestras fueron preparadas metalográficamente en lijas 240, 320, 400 y 600 y pulidas con alúmina 5 micras. Posteriormente atacadas durante 3 minutos con agua regia fresca. Fueron observadas en microscopio óptico marca OLYMPUS modelo PME3 y en microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6490LV. También fueron realizadas mediciones de microdureza Vickers, con carga de 100 g en un microdurómetro marca Shimadzu.

La composición química del oro y del titanio fue determinada por EDS en microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6490LV. La composición química de la aleación fabricada fue determinada mediante ensayo de microcopelación según la norma ASTM-E 1335 – 08.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Los espectros de composición química del oro y titanio obtenido por EDS se muestran en la figura 2a y 2b respectivamente. Los resultados muestran que el oro tiene una pureza de 99.99% y el titanio tiene una pureza de 99.96%. El análisis de composición química de la aleación fabricada, realizada por microcopelación, indicó un contenido de oro de 99% y por balance de carga, se tomó el contenido de titanio de 1%.

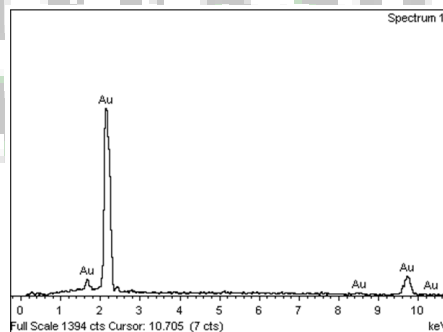


Figura 2a

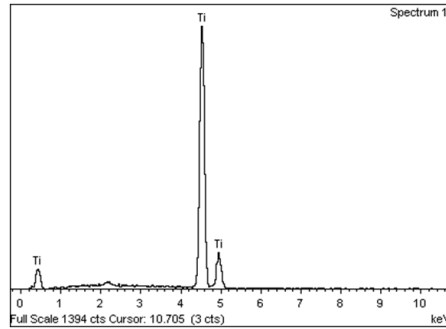


Figura 2b

Figura 2. Espectro de composición por EDS de materiales utilizados para fabricar la aleación. a) espectro del oro. b) espectro del Ti.

La microestructura de la aleación en la condición *as cast* se muestra en la figura 3. Se puede observar que la microestructura corresponde a la fase α del oro, con algunos precipitados pequeños de Au-Ti_4 en el límite de grano.

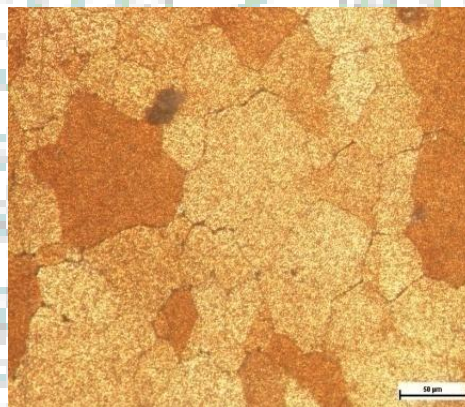


Figura 3. Microestructura de la aleación Au-1 %Ti en la condición *as cast* consistente de la fase α con algunos precipitados pequeños de Au-Ti_4 en el límite de grano.

La micrografía después del tratamiento de homogenización a 980°C durante una hora se muestra en la figura 4. Se observa que la microestructura está formada por la fase α del oro, además se observó la presencia de maclas, aunque no sea muy común la estructura en esta forma para el oro, se puede esperar ya que como es bien sabido las maclas se presentan como resultado de recocidos en metales (FCC). Se evidenció la disolución de la fase Au-Ti_4 precipitada en el contorno de grano.

En los resultados de microdureza para la muestra homogenizada se obtuvo $38,9 \pm 3,4$ HV, lo que muestra una disminución en la dureza con respecto a la aleación *as cast*, la cual presentó una dureza de $47,6 \pm 2,7$ HV y por lo tanto se espera un buen comportamiento a la deformación, gracias a que el titanio se encuentra bien disuelto en la matriz de oro.

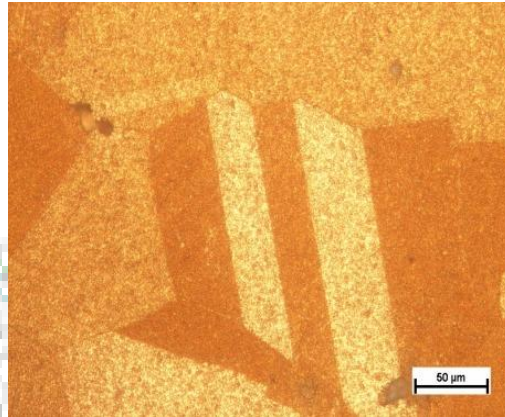


Figura 4. Microestructura de la Au-1 %Ti en la condición homogenizada a 980°C durante una hora.

Las microestructuras después del proceso de laminación en frío en porcentajes de reducción de espesor de 14%, 50% y 70% se muestran en la figura 5. A medida que aumenta el porcentaje de reducción de espesor, se evidencia la deformación de los granos en la dirección de la laminación. Hasta un 50% de deformación, la aleación mostró un comportamiento bastante dúctil. En el 60 % de deformación comenzaron a aparecer algunas grietas en los extremos de las láminas, mostrando la reducción de la ductilidad. En el 70% de deformación se evidencia la desaparición de las maclas de recocido después del tratamiento de homogenización.

La variación de la microdureza durante el proceso de laminación se muestra en la figura 6. Se observa que la aleación fabricada responde muy bien a la deformación, pues experimenta un aumento apreciable de la dureza después de tan solo un 14% deformación. Comparando la dureza de la aleación Au-1%Ti homogenizada con la dureza del oro puro, la cual se ha reportado de 25HV [9], se muestra el efecto de endurecimiento que tiene el Titanio como aleante.

La realización del tratamiento de recristalización a la aleación deformada 70%, se realizó a 500°C por cinco minutos. Este se seleccionó basado en los resultados del ensayo DSC y de resultados de tratamientos a 450°C, 500°C y 550°C en varios tiempos, ya que no se hay reportes en la literatura de la temperatura a la que ocurre la recristalización en esta aleación.

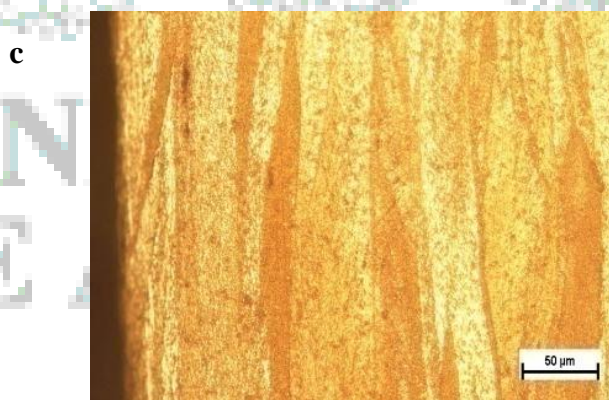
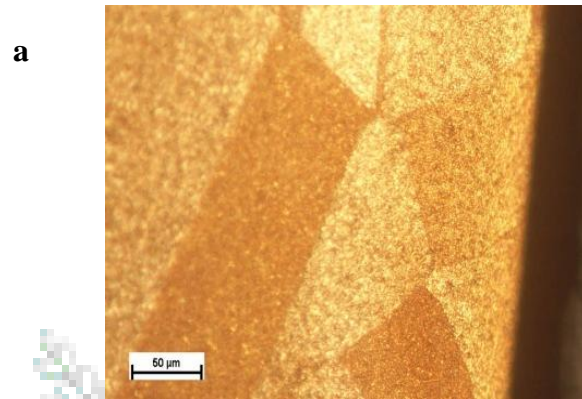


Figura 5. Microestructuras de la aleación Au-1% Ti en porcentajes de reducción de a) 14%, b) 50% y c) 70%.

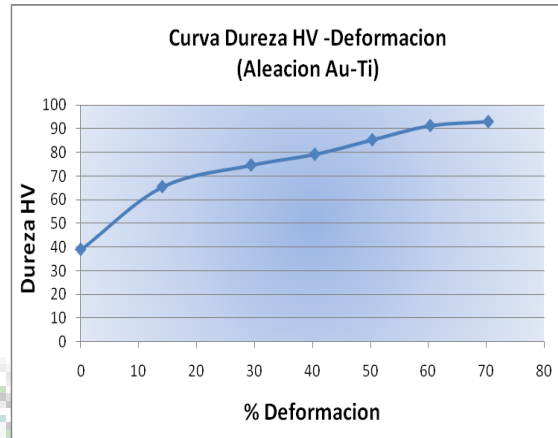


Figura 6. Variación de la microdureza con el porcentaje de deformación de la aleación Au-1% Ti.

En la figura 7 se muestra el resultado del ensayo DSC. El barrido se hizo hasta una temperatura de 500°C. Como se ve en la figura no hay ningún tipo de transiciones térmicas entre 0 y 400°C, el leve cambio reportado para las temperaturas entre 400 y 500°C se deben a transformaciones que sufre el material de referencia contra el cual se contrasta nuestra muestra. Basado en este ensayo se infiere que la recristalización de esta aleación ocurre a una temperatura superior a 500°C.

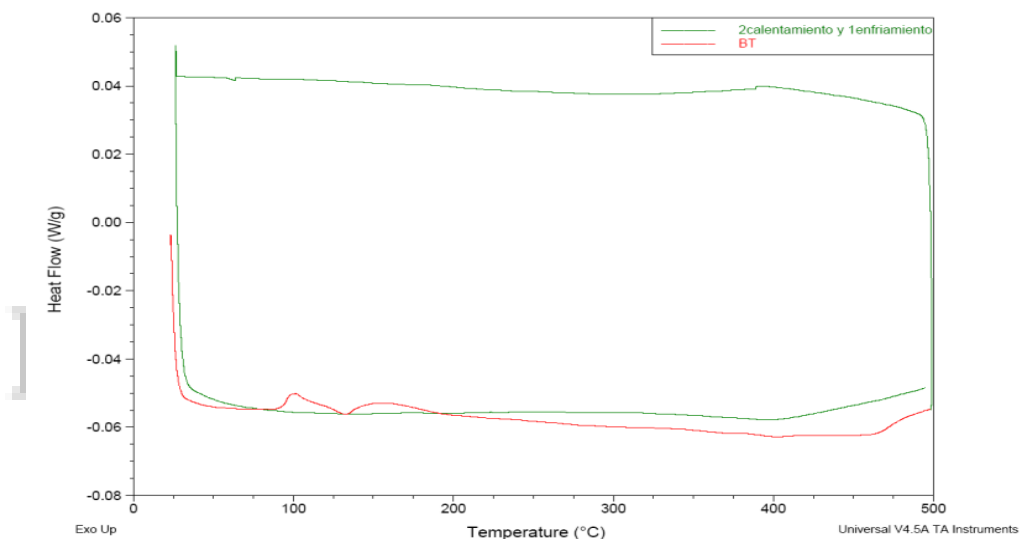


Figura 7. Curva obtenida en el ensayo DSC para la aleación Au-1%Ti.

En la figura 8 se presentan los resultados de medición de microdurezas después de los tratamientos de recristalización. Es importante resaltar que la dureza obtenida después de la deformación a 70% es de $92.9 \text{ HV} \pm 2.6$.

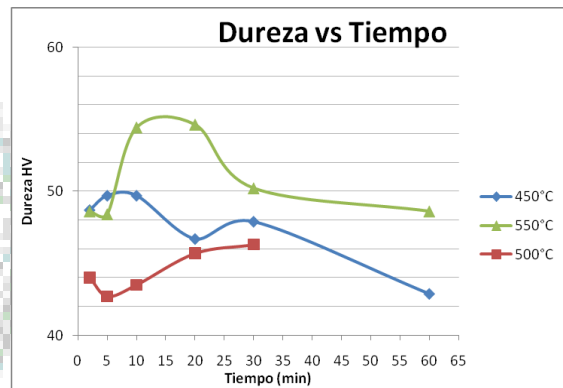


Figura 8. Variación de la microdureza en función del tiempo de los tratamientos de recristalización.

Estas curvas permiten concluir que ocurren fenómenos de ablandamiento por recristalización y endurecimiento por envejecimiento. Según el resultado, en las temperaturas de 500°C y 550°C, ocurre una disminución en la dureza, por recristalización, seguido del endurecimiento por envejecimiento. Posiblemente los fenómenos de recristalización y envejecimiento se den simultáneamente afectando la respuesta en el ablandamiento y endurecimiento en las diferentes temperaturas. En la temperatura de 450°C parece que la secuencia del fenómeno es endurecimiento por envejecimiento, seguida de un ablandamiento por recristalización. No es claro en este trabajo por qué a 500°C se experimenta la mayor disminución de dureza. La ocurrencia de estos fenómenos en la aleación Au-1%Ti, requiere ser estudiada con más detalle. Para esta investigación, los parámetros del tratamiento de recristalización se tomaron basados en la mayor disminución de dureza, que ocurrió a 500°C en un tiempo de 5 minutos.

En la figura 9 se muestra la microestructura después del tratamiento de recristalización. Esta consiste de la fase α del oro con el titanio disuelto en ella, se observa además la ausencia de precipitados, y se evidencia que los granos recuperan su forma poligonal, la cual es apta para continuar con el proceso de deformación hasta el espesor de 0.3 mm. Esta representó un 86 % de deformación total, y alcanzó una dureza de 85.6 HV, bastante superior a la del oro de alta ley que es del orden de 35 HV.

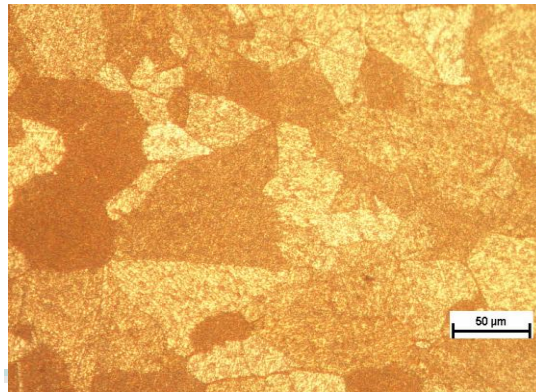


Figura 9. Microestructura de la aleación después del tratamiento de recristalización.

4. CONCLUSIONES

- La aleación Au-1% Ti desarrollada es una buena alternativa para aplicaciones en joyería y otras aplicaciones industriales, en las cuales se hace necesario la utilización de oro de alta ley, con buenas propiedades mecánicas para procesos de fabricación por laminación y adecuada dureza para su desempeño.
- Se destaca el excelente comportamiento mecánico de la aleación Au-1%Ti a la deformación en frío, ya que se alcanzó una deformación del 70% presentando una excelente ductilidad y una dureza de 92,5 HV, posteriormente recristalizada la pieza alcanzó una deformación de 86% final con dureza de 85,6 HV alcanzando un espesor de 0,3 (mm) con una alta ductilidad sin tratamientos térmicos de envejecimiento.
- Los resultados de los tratamientos de recristalización a 450°C, 500°C y 550°C en tiempos de 2, 5, 10,20, 30 y 60 minutos, mostraron que existe una acción conjunta de fenómenos de recristalización y envejecimiento. Pero es necesario establecer estos resultados como un punto de partida hacia una investigación que aclare la ocurrencia de estos fenómenos en la Au-Ti, con miras a obtener las mejores propiedades mecánicas.

4. AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan su agradecimiento al Comité para el Desarrollo de la Investigación-CODI de la Universidad de Antioquia por la financiación de esta investigación a través del proyecto PR08-2-03.

5. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Sánchez, H. Fabricación y Caracterización de la Aleación Au-1.7% Ti para Aplicaciones Odontológicas. [Tesis de Maestría]. Medellín, Universidad de Antioquia. 2006.
- [2] Medina, R., Ruiz, J. y Sánchez H. Joyería en oro de 24 quilates una realidad. Informetal. Edición 57, Junio de 2008.
- [3] Gafner, G. The Development of 990 Gold-Titanium: Its a production use and properties. Gold Bulletin 1989 (22) 4.
- [4] Humpston, G. y Jacobson, D. M. A new high strength gold bond wire. Gold Bull. 1992.
- [5] Fischer, J. Mechanical, thermal, and chemical analyses the binary system Au-Ti in the development of a dental alloy. J. Biomed. Mater. Res. 2000; 52 :678-86.
- [6] Medina, R. Fabricación y caracterización de prototipos de joyería en la aleación Au -1.7% ti obtenidos por microfusión a la cera perdida en horno de plasma. [Trabajo de Grado]. Medellín. Universidad de Antioquia. 2008.
- [7] Cretu, C and Van Der Lingen, E. Coloured Gold Alloys. Mintek, Private, South Africa.
- [8] Guojun Qi and Sam Zhang. Recrystallization of gold alloys for producing fine bonding wires. Journal of Materials Processing Technology 68 (1997) 288-293
- [9] Askeland, Donald. Ciencia e Ingeniería de los Materiales. 4^a edición.