CAPITULO 5

METODOLOGIA EXPERIMENTAL

5.1 INTRODUCCION

El objetivo del presente trabajo es obtener una relación cualitativa y cuantitativa de los mecanismos de desgaste promovidos por la condición superficial de los materiales en contacto, siendo esta a su vez modificada por la microestructura adquirida a través de diferentes procesamientos térmicos de la probeta metálica.

A continuación se describen los diferentes procedimientos que se utilizaron para la obtención de probetas a partir de las barras de polietileno y de las barras metálicas obtenidas mediante el proceso de fusión por cera perdida, los tratamientos térmicos de solución realizados a las probetas a fin de obtener las diferentes condiciones superficiales, la caracterización microestructural y superficial de las probetas metálicas y las pruebas de desgaste, además del equipo utilizado para la realización de las pruebas.

5.2 OBTENCION DE MATERIAL PARA PROBETAS

Para la realización de este proyecto se utilizó una aleación base Cobalto para uso en implantes médicos con especificación ASTM F-75 en forma de granalla, suministrada por Dental Alloy Prod. Inc.

Se realizó una sola fusión en un horno de inducción al vacío de frecuencia media modelo CONSARC al que se le hicieron purgas de Argón, dicho horno se encuentra localizado en las instalaciones del CINVESTAV Unidad Saltillo. Se utilizó un crisol de alúmina nuevo con el fin de evitar una posible contaminación de la aleación y se cargó con 7 kilogramos de aleación F-75 para ser fundida. La temperatura fue controlada por un termopar Pt-Pt Rh que permaneció sumergido en el baño metálico durante la fusión.

La fusión se realizó al alto vacío y cuando se alcanzó una temperatura de 1450°C el metal líquido fue vaciado en un molde de investimento cerámico fabricado mediante la aplicación sucesiva de capas de silica gel y harina de circonia (para las 2 primeras capas), y de silica gel y arena silica para las capas posteriores (6 capas). El molde fue precalentado a una temperatura de 900°C por medio de la mufla de resistencia eléctrica, para evitar el choque térmico entre el molde y el metal líquido. El vaciado se realizó dentro de la misma cámara del horno en atmósfera de argón para evitar la oxidación y la pérdida de elementos aleantes.

Después de vaciar el metal en el molde se mantuvo la mufla dentro de la cámara por aproximadamente 30 minutos para permitir que la temperatura del molde disminuyera y se tuviera la pieza completamente solidificada. Posteriormente se suministro argón para igualar la presión con la atmosférica y poder abrir la cámara para extraer el molde. Se retiró el molde de la mufla y se enfrió, por último se retiró el investimento.

Las barras obtenidas fueron dos de 40 mm de diámetro y 150 mm de largo (Figura 5.1), las cuales fueron separadas del alimentador y con estas, fueron fabricadas las probetas para las pruebas de desgaste (Figura 5.2).

Se realizó un análisis químico cualitativo y cuantitativo a las barras obtenidas por medio de un espectrómetro de rayos X marca Rigaku modelo 3270, y para la determinación de carbono se utilizó un determinador Leco modelo 444. Ambos equipos

se encuentran en las instalaciones de COMIMSA Saltillo. En la Tabla 5.1 se muestra la composición de la aleación obtenida.

Tabla 5.1 Composición química de las barras obtenida de fusión.

Elemento	Contenido (%)	Especificación ASTM F-75 [12]
C	0.344	0.35
Mn	0.450	1.00
Si	0.963	1.00
Ni	0.814	1.00
Cr	26.35	27.0 – 30.0
Mo	5.79	5.0 – 7.0
Fe	0.30	0.75
W	0.172	0.20
Co	Balance	Balance

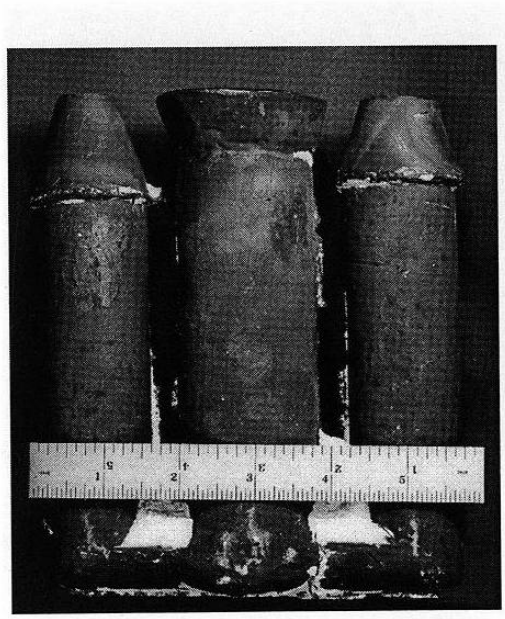


Figura 5.1 Barras obtenidas después del proceso de fusión.

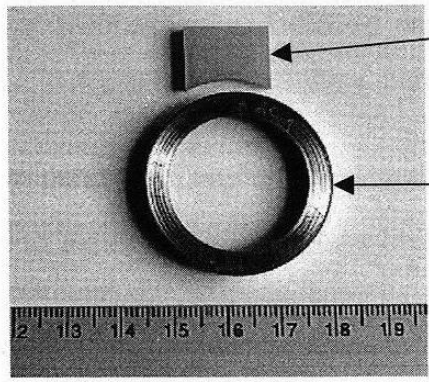


Figura 5.2 Sistema utilizado en las pruebas de desgaste.

El acabado superficial que se requiere para realizar las pruebas de desgaste se realizó montando los anillos en un eje de acero con las dimensiones del radio interno del anillo. Este eje se colocó en un torno y se pulió siguiendo el mismo procedimiento metalográfico es decir, se utilizaron diferentes lijas (500 – 2400) y se pulió con alúmina de 1 μm y de 0.3 μm (Figura 5.3). El pulido fue igual para todas la probetas y sin dirección preferencial.

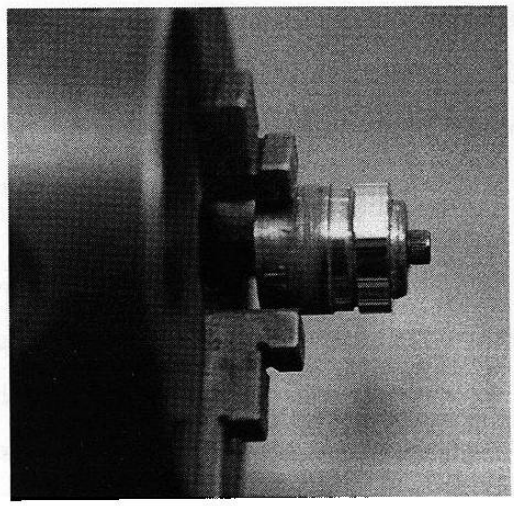


Figura 5.3 Equipo utilizado para el pulido de los anillos.

Las probetas de UHMWPE se obtuvieron a partir de una barra de polietileno proporcionada por Poli Hi Solidur Co para uso biomedico. Con densidad de 0.930 gr/cm^3 y dureza 67 escala D. La barra es de sección circular de 76.2 mm de diámetro la cual fue cortada en secciones transversales de 10 mm de ancho, posteriormente se

maquinaron en fresadora y se "rectificaron" con esmeril para obtener la pieza con la geometría necesaria y con el acabado superficial final para las pruebas de desgaste (Figura 5.2).

Es necesario remarcar que para poder correlacionar los factores microestructurales de la aleación de cobalto con el desgaste de las probetas de polietileno, se mantuvieron las condiciones de trabajado mecánico (maquinado) y acabado superficial completamente homogéneas para todas las probetas de polietileno.

5.3 TRATAMIENTO TERMICO

Con el fin de determinar el tratamiento térmico de solución al que iban a ser sometidas las piezas, se realizaron una serie de pruebas utilizando probetas de 10 mm de espesor a partir de la estructura de colada en un horno de resistencia eléctrica a 1210°C utilizando diferentes tiempos de solubilización desde 1.5 horas hasta 6.5 horas con intervalos de 30 minutos. Una vez transcurrido el tiempo de tratamiento se extrajeron las probetas y se templaron en aceite de velocidad de temple media (aceite tec temple C) con el fin de mantener la estructura generada durante el proceso de solubilización y evitar una potencial distorsión dimensional.

Se observó que la cantidad de óxido formado durante el tratamiento térmico era demasiado alta, por lo que se busco un medio para evitar este problema que podría afectar las dimensiones de las probetas que se iban a utilizar en las pruebas de desgaste. La forma en que se disminuyó la oxidación fue mediante la elaboración de una cápsula de cuarzo en la cual iban a estar contenidos los anillos, en dicha cápsula se trató de obtener el mayor vacío con el fin de evitar la oxidación. Junto con el anillo se introdujo en la cápsula una probeta para poder realizar el análisis metalográfico (Figura 5.4).

Las probetas que se utilizaron en las pruebas de desgaste fueron tratadas a 1210°C por 1.5, 3.5 y 6.5 horas y templadas en aceite, se escogieron estos tiempos con el fin de

obtener microestructuras que proporcionaran una diferencia en la rugosidad superficial apreciable de las probetas metálicas.

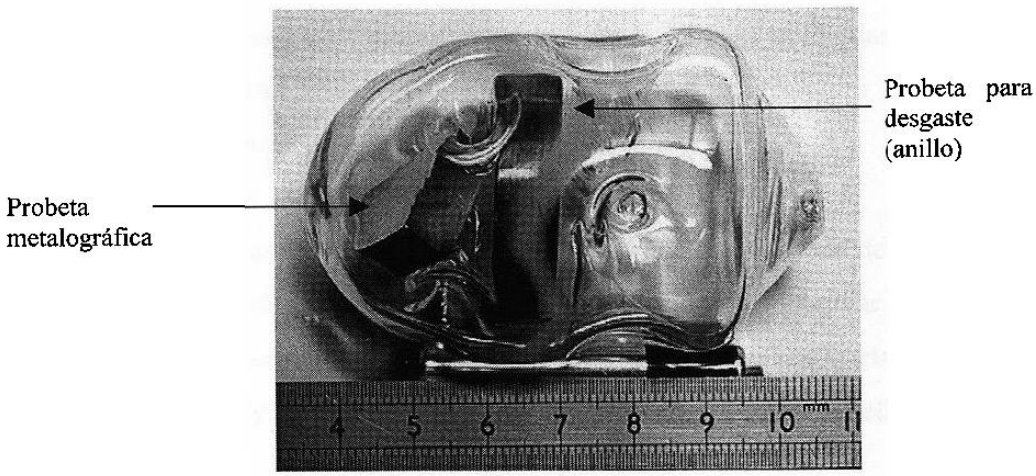


Figura 5.4 Cápsula de cuarzo utilizada para proteger los anillos durante el tratamiento térmico.

La curva de calentamiento se observa en la Figura 5.5, a velocidades de calentamiento más bajas se observó que se generaban pequeños poros distribuidos en toda la matriz aumentando así la rugosidad superficial de la pieza.

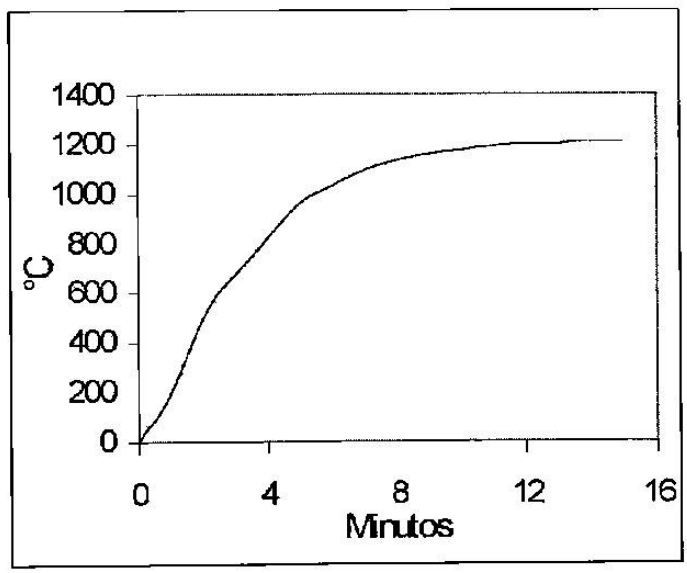


Figura 5.5 Curva de calentamiento durante el tratamiento térmico.

5.4 CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL

Para realizar el análisis microestructural, de las barras obtenidas de la fusión se cortaron probetas en una máquina de corte Struers modelo Discotom – 2 con un disco abrasivo de alta velocidad para metales duros tipo 32 TRE.

Para analizar el estado de colada se tomaron dos muestras, una de la parte superior de la barra y una de la parte inferior con el fin de observar la uniformidad microestructural. Se cortaron más probetas con el fin de realizarles los diferentes tratamientos térmicos y de ver el cambio microestructural presente en ellas.

Todas las muestras se desbastaron con el fin de eliminar posibles cambios generados por el proceso de corte o el óxido generado en el tratamiento térmico. Se les dio el procedimiento metalográfico especificado por la norma ASTM E3 utilizando diferentes lijas desde grado 220 hasta 2400, utilizando agua como refrigerante y el pulido fino se realizó en paño spec-cloth con alúmina de 1 μm y 0.3 μm.

Una vez que las muestras fueron pulidas y sin ataque químico, se realizó una medición del porcentaje de área que ocupan los carburos, además de un conteo de la cantidad de carburos presentes en la misma área para cada condición ya sea de colada o de tratamiento térmico en un analizador de imágenes marca Leica modelo Quantimet 520. Se determinó hacer un barrido completamente aleatorio sobre la muestra realizando 12 mediciones para cada probeta. Las mediciones se hicieron a 50 aumentos con un valor de calibración de 1.904 micrómetros por pixel en una área de medición de 8.916×10^5 μm^2.

Para revelar la microestructura presente en las piezas tanto en la condición de colada como después de los tratamientos térmicos, se utilizó un ataque electrolítico utilizando como agente una solución de 10 ml de ácido clorhídrico y 90 ml de agua destilada, usando 3 volts y un cátodo de grafito por un tiempo de 1 a 5 segundos,

posteriormente se lavó con agua y jabón, se aplicó alcohol y se secó con aire quedando así lista para su observación. Se tomaron fotomicrografías de la aleación de cobalto en un microscopio óptico Nikon modelo Epiphot de platina invertida a diferentes magnificaciones (todo el equipo se encuentra en el PDIM de la F.I.M.E.).

5.5 CARACTERIZACION SUPERFICIAL

Se midió la rugosidad en las superficies de contacto antes de realizar las pruebas de desgaste por medio de análisis de perfiles de rugosidad, obtenidas de un equipo de rugosidad marca Taylor Hobson Ltd. con punta cónica de diamante de radio de 2 μm, que cuenta con una profundidad de trabajo de 4 mm, el cual se encuentra en la empresa Nemak.

Para realizar esta medición en las probetas de polietileno, se limpiaron por ultrasonido con alcohol y se realizaron en promedio cinco mediciones de una longitud de 4.5 mm en la dirección transversal de la probeta como se muestra en la Figura 5.6 (a).

Después de que los anillos quedaron pulidos completamente se procedió al igual que con los bloques de polietileno a medir la rugosidad de la cara externa, se limpiaron con alcohol en ultrasonido y se hicieron en promedio nueve mediciones de 6.5 mm de longitud en la dirección transversal de la cara externa como se muestra en la Figura 5.6 (b).

También se realizó la medición del ángulo de contacto como medida de la mojabilidad de las superficies tanto para las probetas de polietileno como para los anillos metálicos, se utilizó un comparador óptico. Las muestras se colocaron en un comparador óptico marca Mitutoyo que se encuentra en la empresa Vitrocrisa, y la medición se realizó depositando una gota de agua sobre la superficie completamente limpia de las probetas, y proyectando la sombra de la gota aumentada 100X magnificaciones en una pantalla donde por medio de una escala graduada en la pantalla se midió dicho ángulo.

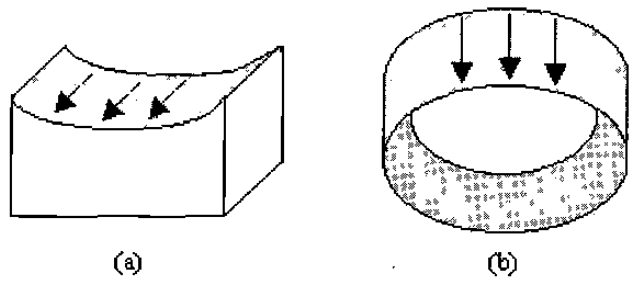


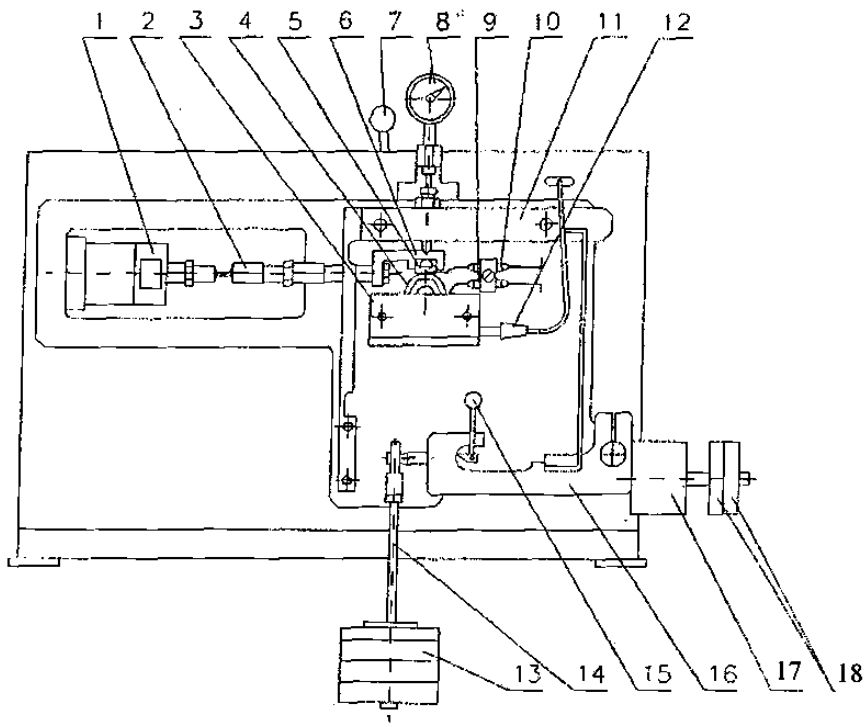
Figura 5.6 Dirección de la medición de rugosidad en las probetas (a) bloque de polietileno, (b) anillo metálico.

5.6 PRUEBAS DE DESGASTE

Las pruebas de desgaste se realizaron en una máquina tipo bloque – anillo modelo T-05 Figura 5.7 diseñada y fabricada por el Instituto para Terotecnología Radom en Polonia, la cual se encuentra ubicada en las instalaciones del CINVESTAV, Unidad Saltillo. En esta máquina se pueden realizar pruebas en movimiento de deslizamiento continuo a velocidad rotacional constante, o en movimiento reciprocante con un arco de oscilación entre 0° y 90°, como se ilustra en la Figura 5.8. Las cargas que se pueden aplicar están en el intervalo de 150 a 3150 N. Se puede utilizar lubricante y este puede ser controlado hasta una temperatura de 140°C.

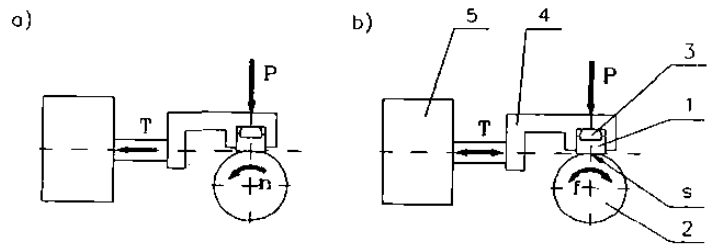
Las pruebas de desgaste se hicieron siguiendo el método estándar ASTM G-77. Las dimensiones del bloque y anillo para las pruebas están precisadas de acuerdo a esta norma y se muestran en las Figuras 5.9 y 5.10. El movimiento que se utilizó fue continuo con una velocidad lineal de 0.069 m/s (37.7 rpm) recorriendo una distancia de 1000 m con el fin de observar únicamente el comportamiento inicial del desgaste para determinar el mecanismo que está actuando durante el inicio de operación del implante. La carga aplicada fue de 500 N de manera constante durante toda la prueba. Se uso agua destilada como lubricante la cual se trato de mantener constante a una temperatura de

37°C durante toda la prueba. El tipo de contacto entre las superficies del anillo y del bloque fue conformante. Durante la prueba, el software de la máquina capturó las mediciones de los valores de la fuerza de fricción y la temperatura del lubricante y del bloque de polietileno los cuales a la finalización de la misma fueron graficados contra el tiempo de duración. También fue capturado manualmente el desplazamiento lineal del bloque al ser desgastado por el anillo de aleación F-75.



1. Transductor de fuerza
2. Tensor
3. Reserva de lubricante
4. Anillo de prueba
5. Bloque de prueba
6. Soporte del bloque
7. Seguro del motor
8. Indicador de desplazamiento
9 y 10. Termopares
11. Palanca superior
12. Calentador
13. Peso
14. Gancho para pesos
15. Seguro de palancas
16. Palanca inferior
17. Contrapesos estacionarios
18. Contrapesos adicionales

Figura 5.7 Máquina de desgaste.



1. Bloque de prueba
2. Anillo de prueba
3. Inserto hemiesférico
4. Soporte del bloque de prueba
5. Transductor de fuerza

Figura 5.8 Tipos de movimiento para realizar las pruebas en la máquina de desgaste (a) pruebas con movimiento continuo, (b) pruebas con movimiento reciprocante.

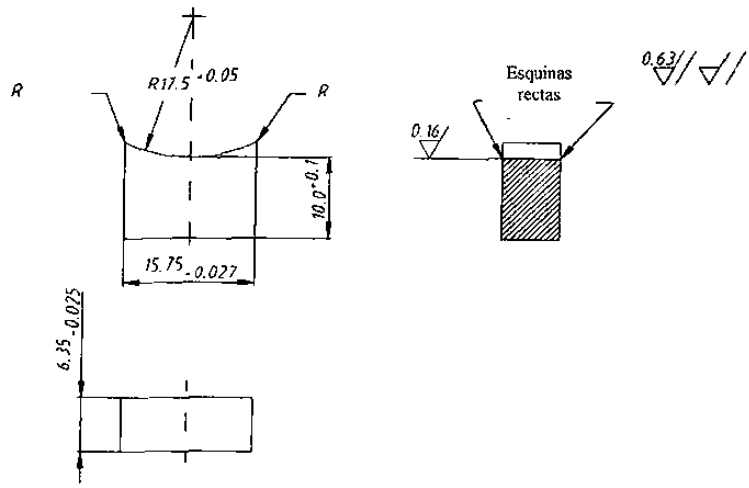


Figura 5.9 Dimensiones de las probetas de desgaste del bloque de polietileno.

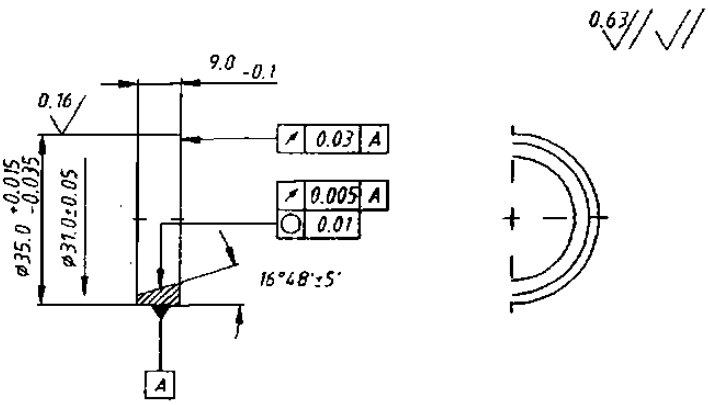


Figura 5.10 Dimensiones de las probetas de desgaste del anillo metálico.

Todos los anillos y bloques fueron pesados a fin de registrar sus masas antes y después de cada prueba.

5.7 ANALISIS POR MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

El microscopio electrónico de barrido es un instrumento diseñado para estudiar, en alta resolución la superficie de sólidos. Posee una resolución y profundidad de foco mayores que la microscopía óptica. El microscopio de barrido es extremadamente útil en el estudio de las características morfológicas y topográficas de la muestra [44].

Se analizaron las muestras de polietileno antes y después de las pruebas de desgaste, para poder observarlas en el microscopio fue necesario recubrirlas con oro, para cada una de las condiciones se seleccionaron las dos secciones límites y el centro, de las cuales se realizaron tres observaciones en cada una a 40, 200 y 1000 aumentos. La única muestra que fue sometida a un procedimiento de limpieza por ultrasonido utilizando alcohol como agente limpiador antes de su observación fue la de referencia.

En las muestras metálicas se siguió el mismo procedimiento de limpieza y se realizó una caracterización por medio de imágenes a diferentes aumentos de las zonas de interés. Además ya que el microscopio está equipado para un análisis químico cualitativo, se examinó la composición del material base y de los carburos presentes en las muestras.

El microscopio electrónico de barrido utilizado es marca LEICA LEO, modelo S440, de 30 kV, con capacidad de hasta 300,000 magnificaciones. Instrumentado con analizador EDX marca Oxford Link, para análisis químico cualitativo.