

# Capítulo 7

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan la discusión así como los resultados obtenidos en este estudio. En la primera parte se presentan los resultados y discusión del análisis de estructura de colada. Como segunda parte, se presentan los resultados y discusión después del tratamiento térmico en las diferentes muestras.

### 7.1 Análisis químico

El análisis químico de la aleación vaciada fue obtenido por espectrometría de rayos X. En la tabla 7.1 se presentan tanto el análisis obtenido como los valores de la especificación ASTM-F75/98.

Tabla 7.1 Análisis químico (% en peso)

	C	S	Mn	Si	P	Cr	Ni	Mo	Nb	W	Fe	Co
<b>Muestra</b>	0.16	0.004	0.24	0.66	0.004	28.3	0.43	6.25	0.03		0.80	Balance
<b>ASTM</b>	0.35	0.004	1.00	1.00	0.005	27.00	1.00	5.00	-	0.04	0.75	Balance
<b>F75</b>	max.	max.	max.	max.	max.	a 30.00	max.	a 7.00		max.	max.	

Comparando los valores se observa que la aleación empleada cumple con la mayoría de los elementos, excepto el hierro el cual esta 0.05% por arriba. La misma norma acepta variaciones de composición cuando se realiza un análisis químico en una muestra del producto terminado. La variación aceptada es de +/- 0.03% para este elemento por lo que la muestra sobrepasa la mínima cantidad de 0.02% en peso de la especificación ASTM. Se considera que esto no afecta los resultados de la investigación.

## 7.2 Caracterización realizada en estructura de colada.

### 7.2.1 Análisis metalográfico

Las muestras analizadas presentan una microestructura típica de colada formada por una matriz de base cobalto (alfa) con carburos primarios del tipo  $M_{23}C_6$  en forma laminar y de bloque. Las figura 7.1, 7.2 y 7.3 muestran las micrografías de la estructura de colada.

En la figura 7.1 se observa la formación de carburos interdendríticos embebidos en la matriz de base cobalto alfa. La dispersión de carburos primarios es heterogénea, se observa segregación de carburos del tipo laminar (zonas oscuras) que proviene de un eutéctico entre la fase  $M_{23}C_6$  y la fase alfa. Generalmente estos carburos se ubican en la frontera de grano durante la solidificación, lo cual da como resultado una concentración de partículas duras (alrededor de 40 HRC) afectando la resistencia a la fatiga de esta aleación.

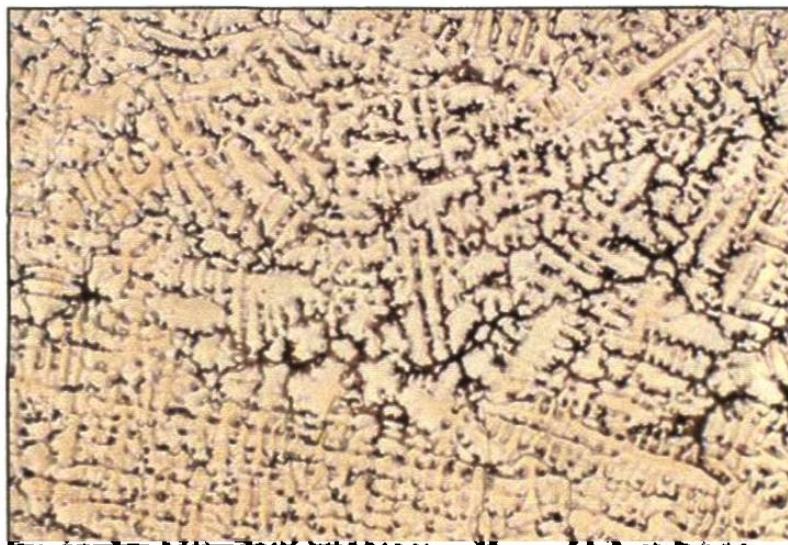


Figura. 7.1 Estructura de colada de la aleación  
Co-Cr-Mo-C a 50x 50  $\mu$ m

Las estructuras de colada observadas en las figuras 7.1 a 7.3 fueron atacadas electrolíticamente con una solución de ácido clorhídrico (ver Capítulo 6).

La figura 7.2 muestra el mismo espécimen que la figura 7.1 pero a mayor aumento, se aprecia con mayor claridad el límite de grano, los carburos laminares (zonas oscuras) están ubicados preferentemente en las fronteras de grano mientras que los carburos en bloque no muestran preferencia en la matriz o en los límites de grano.

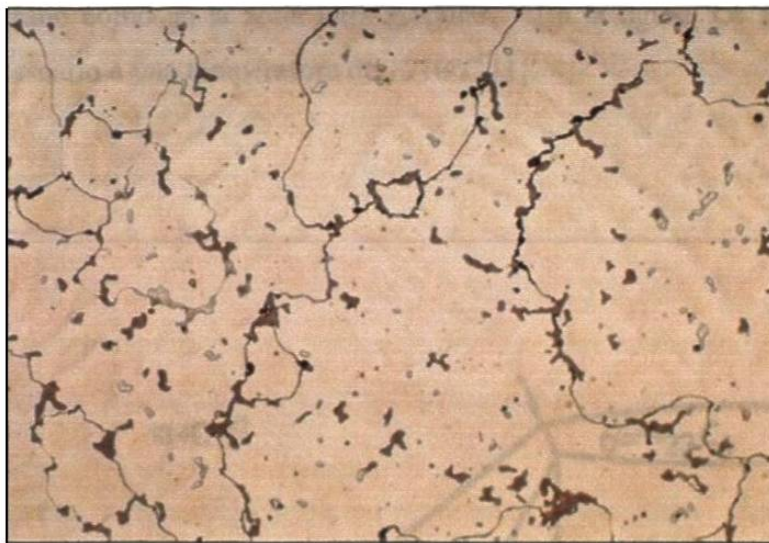


Figura. 7.2 Mismo espécimen que la figura 7.1 a 200x.

50  $\mu\text{m}$

La figura Fig. 7.3 muestra el mismo espécimen que la figura 7.1 a mayores aumentos. Se aprecia con mayor claridad la morfología de los carburos de bloque (pequeñas zonas claras) dentro de los granos de la matriz de cobalto.

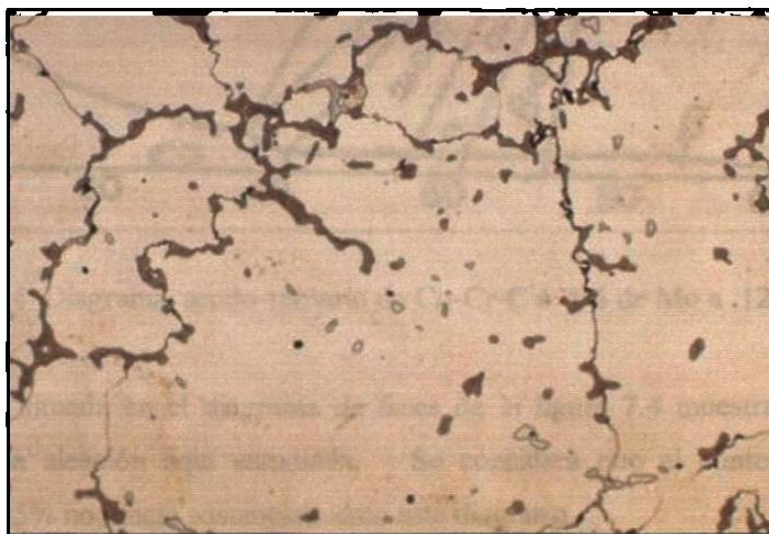


Figura. 7.3 Mismo espécimen que la figura 7.1 a 400x

25  $\mu\text{m}$

Las estructuras observadas en las figuras 7.1 a 7.3 son las esperadas para este tipo de aleación. Los carburos primarios se forman durante la solidificación y tienden a segregarse en los límites de grano. Se diferenciaron dos tipos de carburos, los carburos tipo bloque y los carburos tipo laminar. Los carburos tipo bloque están presentes tanto en el límite de grano como en la zona intra-granular. En la figura 7.4 se muestra el diagrama pseudo-ternario a una temperatura de 1210°C [1].

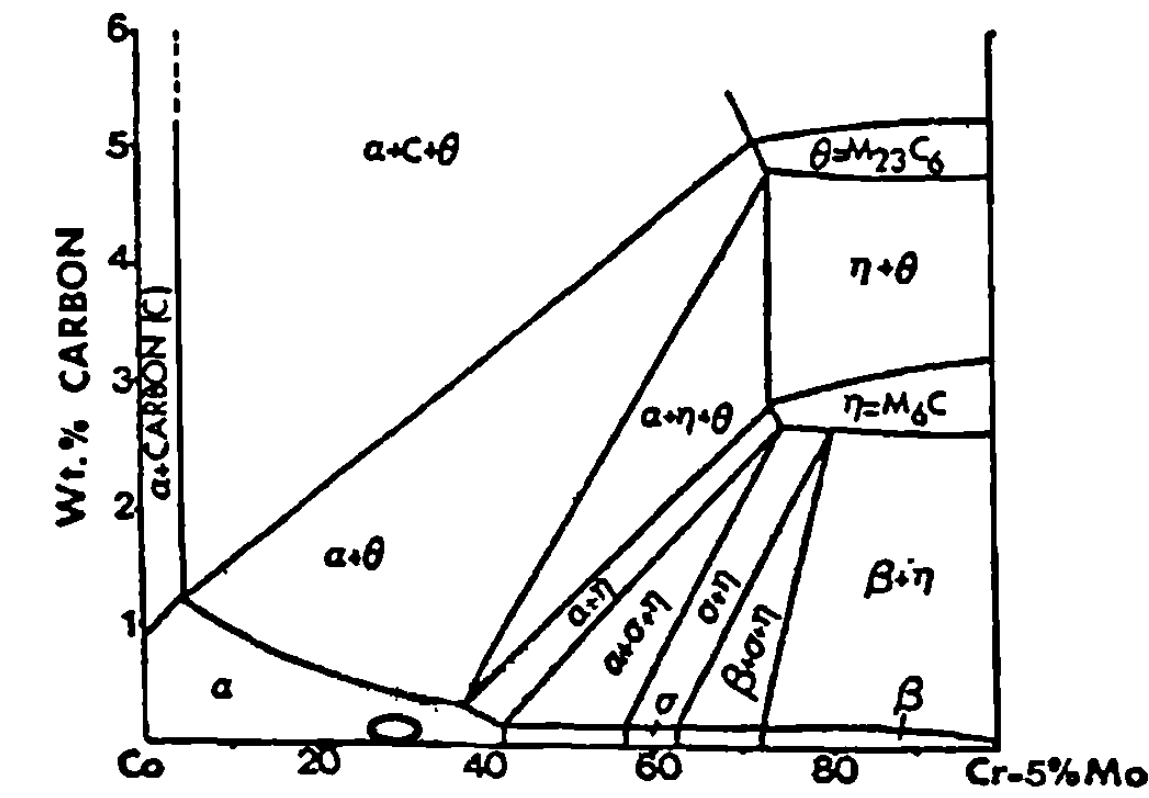


Figura. 7.4 Diagrama pseudo-ternario de Co-Cr-C a 5% de Mo a 1210°C

La elipse situada en el diagrama de fases de la figura 7.4 muestra la posición aproximada de la aleación aquí estudiada. Se considera que el contenido real de molibdeno de 6.25% no afecta sustancialmente este diagrama.

Otros investigadores de la UANL están realizando diagramas ternarios y cuaternarios para la identificación de estas variaciones [2] y han reportado que no existe variación de fase entre 5 y 6.25% de molibdeno en el rango de la aleación utilizada.

De la figura 7.4 se observa que la aleación empleada presenta una sola fase a la temperatura de 1210°C, sin embargo debido a la segregación química ocurrida en el frente de solidificación existe una mayor concentración de carbono y cromo, lo que da origen a la formación de carburos del tipo  $M_{23}C_6$  ( $\theta$ ) que pueden presentarse en forma de bloque o en forma de laminillas. Estas últimas están asociadas al final de la solidificación, la cual ocurre en el eutéctico entre la fase " $\alpha$ " y la fase " $\theta$ ", por ende se presenta con morfología laminar en los límites de granos. Por lo anterior, la estructura de colada esta formada por la matriz de fase " $\alpha$ " y carburos de fase " $\theta$ ".

En el diagrama de fase de la figura 7.4 se observan otras fases. Entre ellas, son de particular interés la fase " $\eta$ " ( $M_6C$ ) y la fase inter metálica  $\sigma$ . Los carburos  $M_6C$  no se forman durante la solidificación, pero se forman durante los subsecuentes tratamientos térmicos a que se someten las piezas con estructura de colada. Lo mismo ocurre con la fase sigma, al disolverse una molécula de carburo del tipo  $M_{23}C_6$  se tendría un total de 23 átomos metálicos (Co, Cr y Mo) y 6 átomos de carbono (C). Dado que la disolución de carburos se realiza a altas temperaturas (1000-1230°C), los átomos metálicos y de carbono podrían difundir debido a su tamaño relativo y a su posición reticular en la red cristalina de  $\alpha$  (fcc). Los átomos metálicos tendrán poca movilidad por lo cual difunden hacia la matriz en tiempos largos. Los átomos de carbono, de menor diámetro atómico comparado con los átomos metálicos, tendrán mayor movilidad ya que se ubican como átomos intersticiales en la red fcc. El diagrama de la figura 7.4 muestra la línea de solubilidad de carbono en  $\alpha$  en una concentración de 1%.

### 7.2.2 Análisis de microscopía electrónica de barrido

En la observación de las muestras en condición de colada se detectaron poros semi-esféricos los cuales han sido asociados a gases atrapados durante la solidificación. En las figuras 7.5 a 7.9 se muestran las foto-micrografías por microscopía electrónica de barrido.

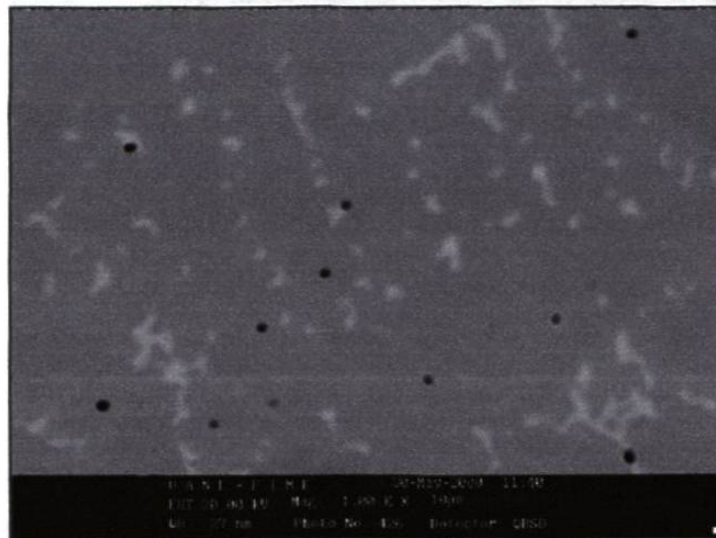


Fig. 7.5 Se observa una matriz de cobalto alfa, carburos primarios (zonas claras) y poros redondos (puntos oscuros). La muestra está sin ataque químico.

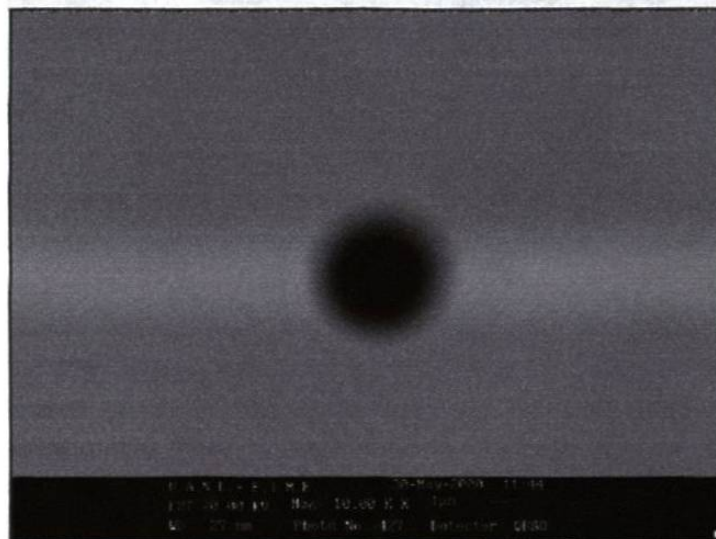


Fig. 7.6 Misma muestra que en la figura 7.5 pero a mayor magnificación. Se aprecia claramente un poro esférico debido a gas atrapado. El poro está aislado dentro de la matriz de cobalto.

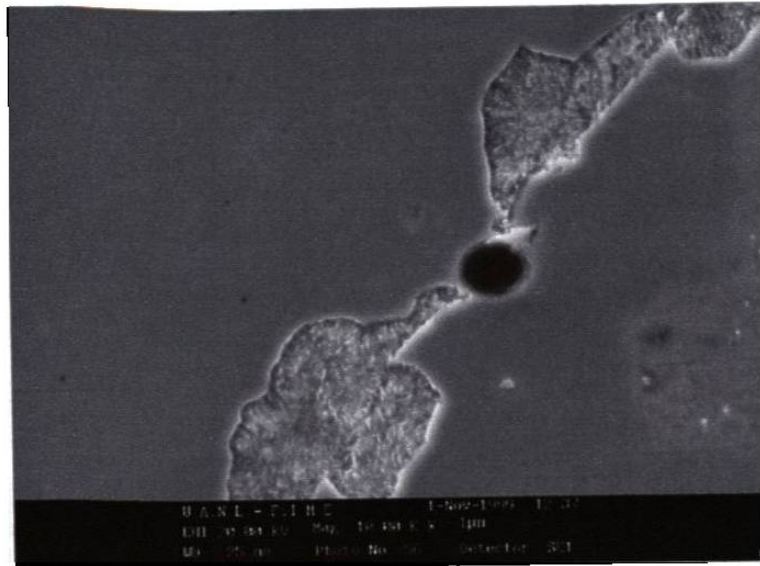


Fig. 7.7 Misma muestra que 7.5 Se observa un poro ubicado entre dos partículas de carburos primarios laminares, al igual que en la figura 7.6 el poro es semi-esférico.

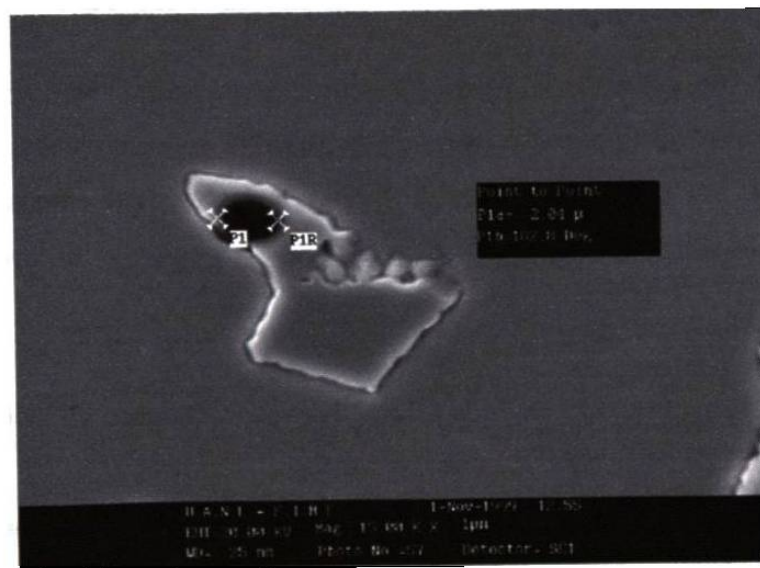


Fig. 7.8 Misma muestra que 7.5 a mayor aumento. Se observa un poro dentro de una partícula de carburo primario tipo bloque, el poro es ligeramente elíptico. El diámetro mayor de la elipse es de 2.04  $\mu$ m.





Tabla 7.2 Fracción de área de los poros encontrados en la estructura de colada.

Mediciones	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Promedio	$\sigma$
Fracción de área de poros (%)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2	0.2	0.18	0.067

#### 7.2.3.2 Fracción de carburos

La tabla 7.3 muestra la fracción de área de carburos primarios determinada en el analizador de imágenes a una magnificación de 100x.

Tabla 7.3 Fracción de área de los carburos presentes en la estructura de colada.

Mediciones	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Promedio	$\sigma$
Fracción de área de carburos (%)	9.9	13.1	11.9	7.7	10.6	10.3	9.5	11.6	12.6	12.7	10.9	3.685

Debido a la solidificación dendrítica y segregación se tiene una distribución heterogénea de los carburos, teniendo una mayor distribución de los mismos en las zonas interdendríticas.

#### 7.2.4 Análisis de rugosidad en la muestra de colada.

La rugosidad de las muestras se obtuvo en un perfilómetro usando el método de deslizamiento línea de 4.8 mm y 8.009 mm obteniendo el parámetro Ra. El promedio de un total de 10 mediciones fue de 0.0356 con una variación de +/- 0.01466  $\mu\text{m}$ . Los valores fueron medidos en la superficies con pulido metalográfico.

### 7.3 Muestras tratadas térmicamente con diferentes velocidades de calentamiento.

Con el propósito de determinar los efectos del calentamiento se procedió a calentar 6 muestras con diferentes velocidades, tal como se muestra en la figura 7.10. El calentamiento fue hasta los 1220°C (temperatura de solución de carburos utilizada). Las muestras permanecieron durante 3 horas y después fueron templadas en agua. Se realizó una muestra adicional la cual se trato a diferentes condiciones. La velocidad de calentamiento fue de 250°C/min hasta alcanzar 1300°C por 10 minutos. Este último experimento (identificado como la muestra 2) trató de maximizar los efectos de un calentamiento muy rápido. La curva del calentamiento de esta muestra no se encuentra representada en la figura 7.10.

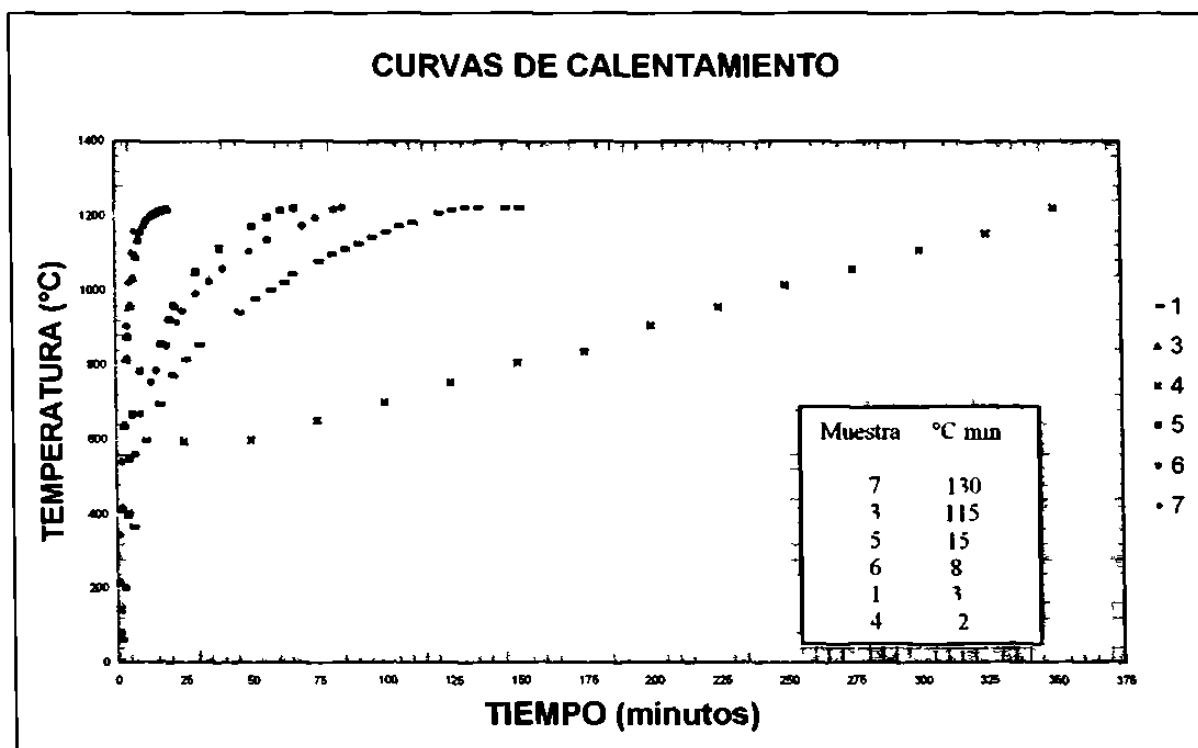


Figura 7.10 Curvas de calentamiento para alcanzar la temperatura de solución de 1220°C

### 7.3.1 Caracterización de las muestras tratadas térmicamente.

#### 7.3.1.1 Análisis metalográfico

La figura 7.11 muestra la microestructura antes del tratamiento térmico. Como ya fue explicado, la estructura de colada esta formada por una matriz de cobalto alfa, y carburos primarios en forma laminar o en bloque.

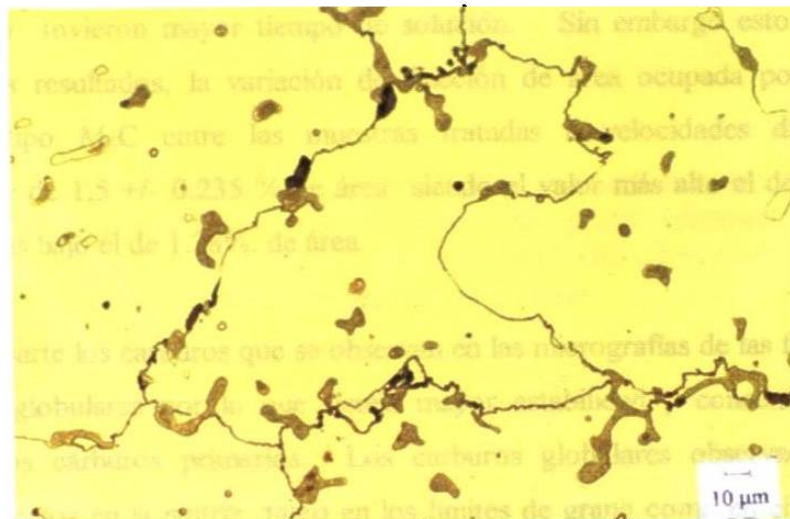


Fig. 7.11 Microestructura de colada a 400x

Después de un tratamiento térmico de solución a  $1220^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  se observa una microestructura formada por una matriz de cobalto alfa con carburos secundarios del tipo  $\text{M}_6\text{C}$  globulares (figura 7.12-7.17). A la temperatura de  $1220^{\circ}\text{C}$  la mayoría de los carburos primarios  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  se transforman a carburos  $\text{M}_6\text{C}$  los cuales empiezan a disolverse en la matriz de cobalto alfa, sin embargo esta reportado que la fase alfa en este tipo de tratamientos en solución sólida se alcanza a tiempos muy largos [1].

En las micrografías de la figura 7.12 a la figura 7.17 se observan las fases presentes de las muestras tratadas térmicamente a diferentes velocidades de calentamiento por un tiempo de 3 horas de solución. Mediante un análisis metalográfico

observamos que los carburos primarios de bloque y laminares transformaron a carburos secundarios globulares tal como esperábamos. Estos carburos se han caracterizado por la técnica de difracción de rayos x por algunos autores [1]. La disolución de los carburos podía haber sido afectada por las velocidades de calentamiento, debido a en los calentamientos lentos los carburos primarios empezaron a transformar antes de llegar a la temperatura seleccionada para el tratamiento de solución ( $1220 \pm 3^\circ\text{C}$ ) lo cual prolonga el tiempo de solución. Los carburos empiezan a transformar desde temperaturas cercanas a los  $1000^\circ\text{C}$  por lo que en las muestras de calentamiento lento (muestras 1 y 4) tuvieron mayor tiempo de solución. Sin embargo esto no afectó drásticamente los resultados, la variación de fracción de área ocupada por carburos globulares del tipo  $\text{M}_6\text{C}$  entre las muestras tratadas a velocidades distintas de calentamiento fue de  $1.5 \pm 0.235\%$  de área siendo el valor más alto el de  $1.75\%$  de área y el valor más bajo el de  $1.28\%$  de área.

Por otra parte los carburos que se observan en las micrografías de las figuras 7.12 a la 7.17 son globulares por lo que tienen mayor estabilidad y concentran menos esfuerzos que los carburos primarios. Los carburos globulares observados fueron encontrados dispersos en la matriz tanto en los límites de grano como en el interior de los granos. La ductilidad ha sido uno de los problemas en condición de colada, esto es debido a la gran cantidad de carburos interdendríticos ubicados en los límites de grano. Este tratamiento aunque no logra reubicarlos por completo, mejora la ductilidad debido a la redistribución y a la morfología redondeada que presentan los carburos. Se tomaron lecturas de dureza en las muestras de tratamiento térmico ( $1220^\circ\text{C}$ , 3 hrs) siendo los valores muy similares (32 HRC) quedando por arriba de las especificaciones ASTM-F75.

Durante el análisis se observaron algunos poros en forma de "hueso", estos poros provienen de la inhibición de la transformación a carburos secundarios  $\text{M}_6\text{C}$ . La inhibición de carburos secundarios pudo originar la formación de fases intermetálicas con baja fuerza de sujeción hacia la matriz debido a su fragilidad.

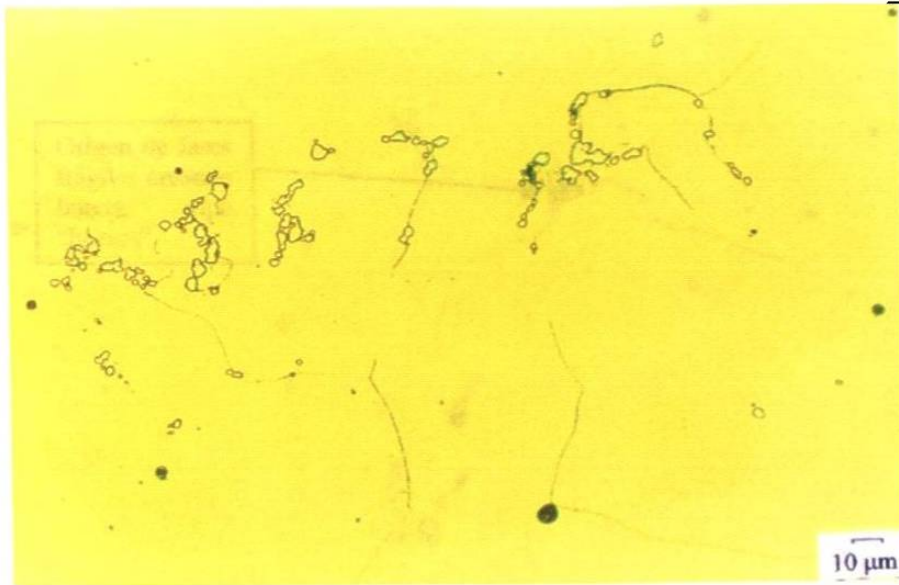


Fig. 7.12, muestra 7 (400x) Ataque electrolítico con ácido crómico velocidad de calentamiento: 130 °C/min. Se puede observar partículas con morfología globular (carburos  $M_6C$ ) ubicados en el límite de grano. Estas partículas miden entre 3 y 10  $\mu m$ .

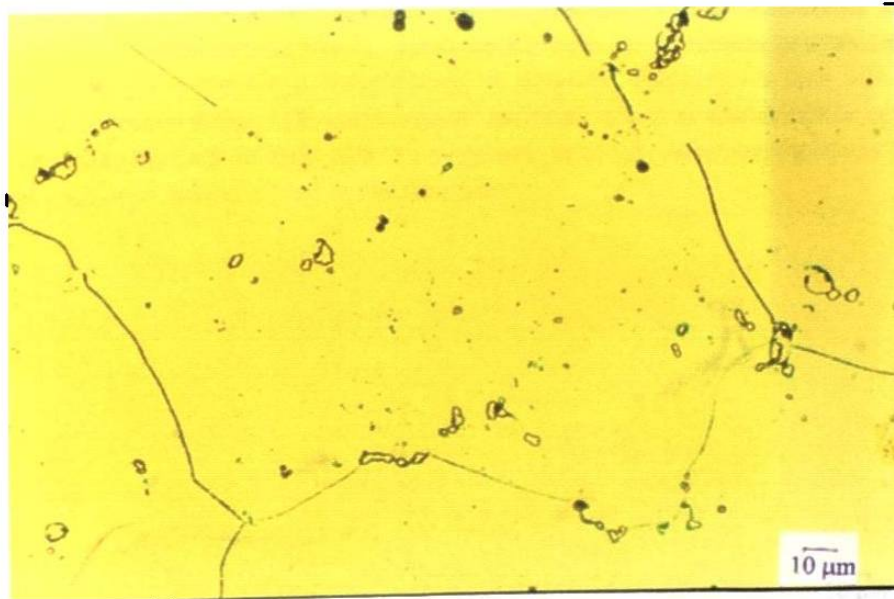


Fig. 7.13 Muestra 3 (400x) Ataque electrolítico con ácido crómico, velocidad de calentamiento: 115° C/min. Se observan partículas similares a las de la figura anterior tanto en el límite como dentro del grano.

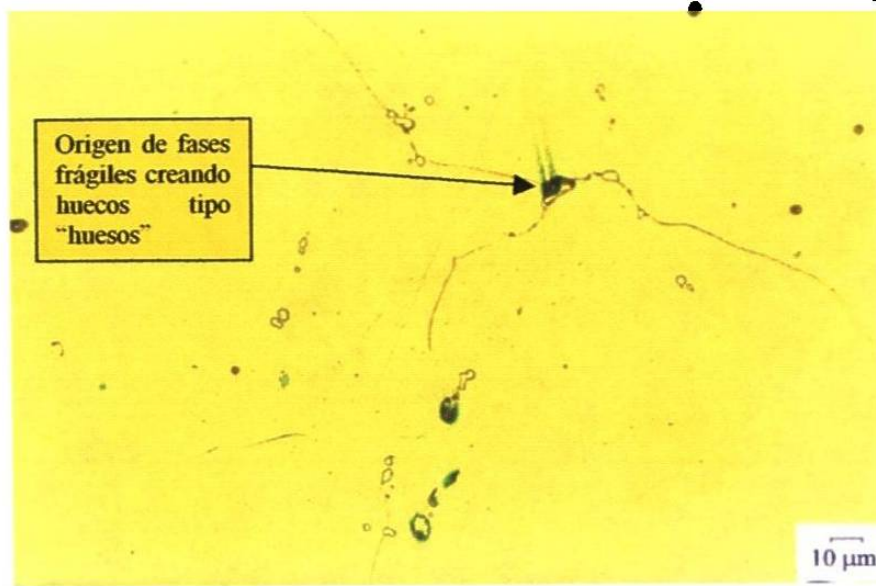


Fig. 7.14 muestra 5 (400x) Ataque electrolítico con ácido crómico velocidad de calentamiento: 15° C/min. Además de las partículas de carburos  $M_6C$  se observan poros. En la micrografía se puede observar como se originan los poros tipo huesos debido al desprendimiento durante el pulido.

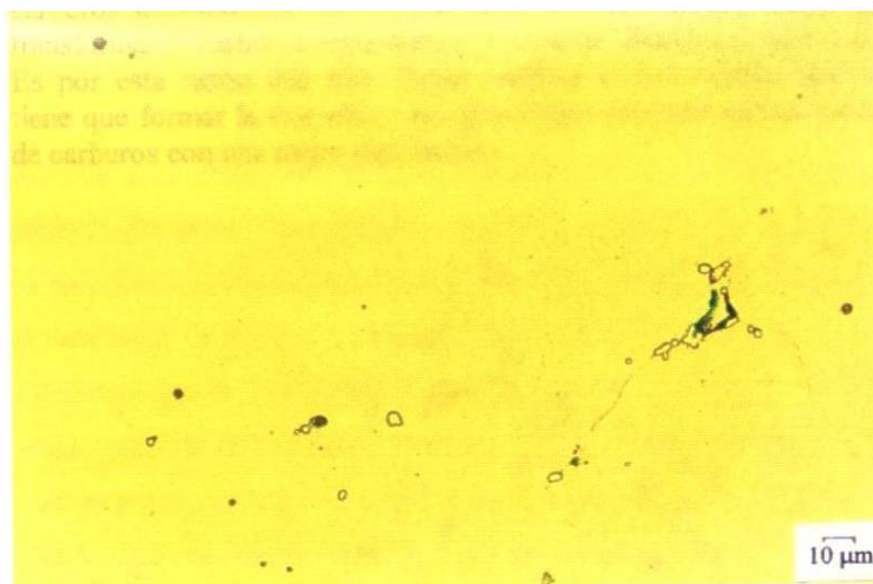


Fig. 7.15 muestra 6 (400x) Ataque electrolítico con ácido crómico velocidad de calentamiento: 8° C/min. Se observa el mismo fenómeno que en la muestra 5 en una isla de carburos secundarios.

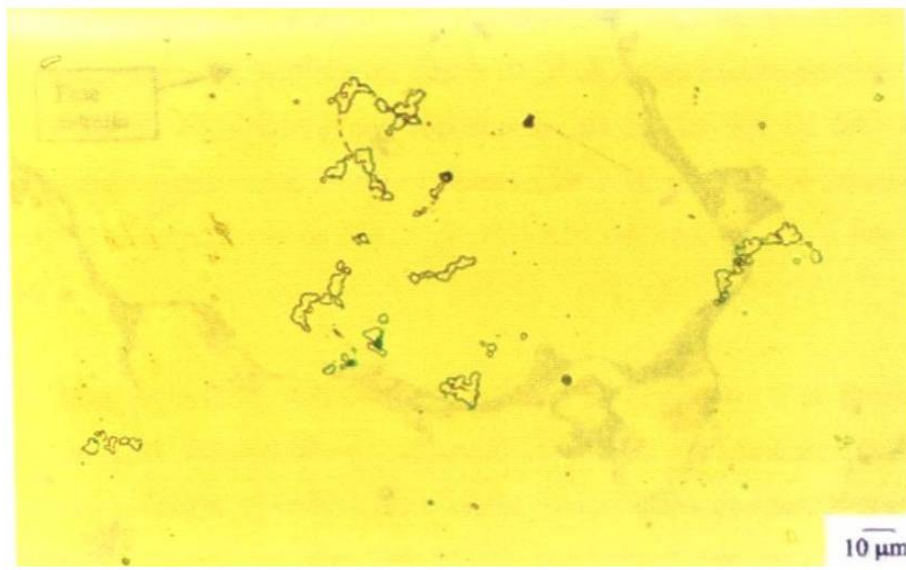


Fig. 7.16 muestra 1 (400x) Ataque electrolítico con ácido crómico velocidad de calentamiento:  $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Se observan carburos globulares del tipo  $\text{M}_6\text{C}$  ubicados en el límite de grano, la micrografía fue tomada en una zona de límite de grano donde había una segregación interdendrítica de carburos primarios los cuales durante el tratamiento térmico se disolvieron y transformaron a carburos secundarios ( $\text{M}_6\text{C}$ ). Esto indica que los carburos primarios transforman a carburos secundarios y después disuelven a fase alfa. Es por esta razón que para lograr reubicar intra-granularmente se tiene que formar la fase alfa y envejecer para propiciar precipitación de carburos con una mejor distribución.

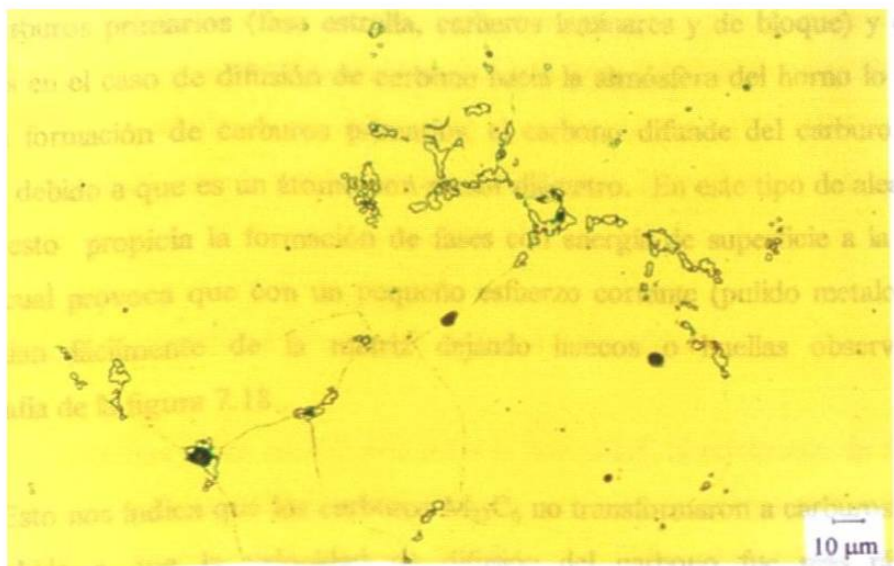


Fig. 7.17 muestra 4 (400x). Mismo ataque, velocidad:  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

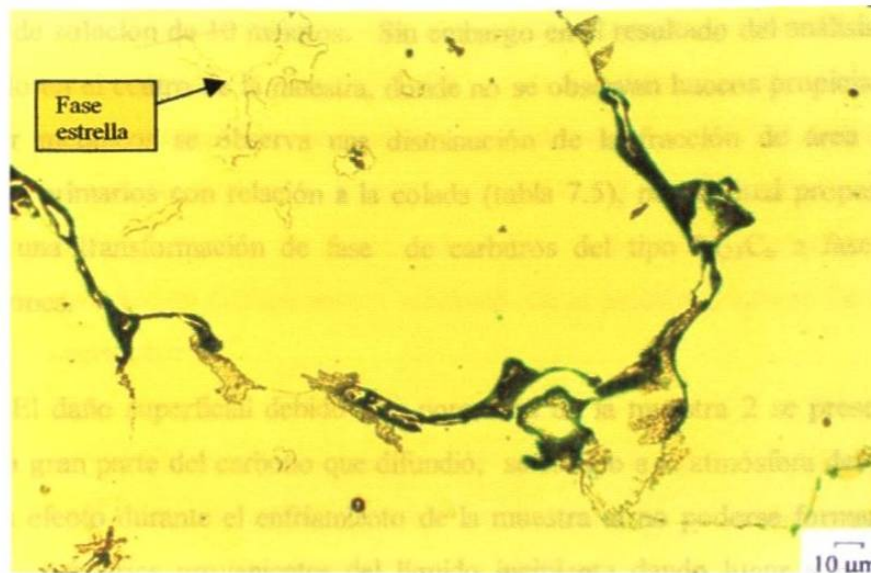


Fig. 7.18 muestra 2 (400x) Ataque electrolítico con ácido crómico  
Velocidad de calentamiento: 250 °C/min

La muestra 2 (figura 7.18), como ya se había mencionado, estuvo tratada a diferentes condiciones, la temperatura registrada en el termopar fue de 1300°C y permaneció 10 minutos en el horno enfriándose rápidamente en agua. En la metalografía se observan carburos similares (zonas claras) a los carburos de estructura de colada (Fig. 7.3, 7.11), los carburos presentaron fusión incipiente debido a la alta temperatura de tratamiento, durante el enfriamiento en agua los carburos resolidificaron como carburos primarios (fase estrella, carburos laminares y de bloque) y como intermetálicos en el caso de difusión de carbono hacia la atmósfera del horno lo cual inhibió la nueva formación de carburos primarios, el carbono difunde del carburo con mayor facilidad debido a que es un átomo con menor diámetro. En este tipo de aleaciones base cobalto esto propicia la formación de fases con energía de superficie a la matriz muy baja lo cual provoca que con un pequeño esfuerzo cortante (pulido metalográfico) se desprendan fácilmente de la matriz dejando huecos o huellas observados en la micrografía de la figura 7.18 .

Esto nos indica que los carburos  $M_{23}C_6$  no transformaron a carburos secundarios  $M_6C$  debido a que la velocidad de difusión del carbono fue más rápida en las condiciones de calentamiento de 250 C/min y una temperatura de 1300°C durante un



tiempo de solución de 10 minutos. Sin embargo en el resultado del análisis de imágenes realizado en el centro de la muestra, donde no se observan huecos propiciados por fases de inter metálicos se observa una disminución de la fracción de área ocupada por carburos primarios con relación a la colada (tabla 7.5), por lo cual proponemos que si existió una transformación de fase de carburos del tipo  $M_{23}C_6$  a fase alfa a estas condiciones.

El daño superficial debido a la porosidad en la muestra 2 se presentó debido a que una gran parte del carbono que difundió, se escapó a la atmósfera del horno lo cual tuvo su efecto durante el enfriamiento de la muestra al no poderse formar nuevamente carburos primarios provenientes del líquido incipiente dando lugar a la formación de intermetálicos, mientras que en el centro de la muestra, el carbono no tuvo el tiempo necesario para difundir hasta la superficie de la muestra y escapar hacia el horno, por lo que durante el enfriamiento se resolidificaron carburos primarios semejantes a los de la micrografía mostrada en la figura 7.11 los cuales tienen un enlace mayor con la superficie de matriz alfa y por ende no caen fácilmente durante el pulido.

Desde el punto de vista tribológico las condiciones de tratamiento térmico llevadas a cabo en la muestra 2 son perjudiciales debido a que esto genera un valor de rugosidad muy alto provocando desgaste excesivo durante la primer etapa de un sistema tribológico activo “runing in” el cual propicia una gran cantidad de partículas de la copa acetubular de polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) generando problemas de salud, entre la más importante la osteólisis (ver capítulo 4).

#### 7.3.1.2 Análisis superficial. Porosidad, carburos y rugosidad.

Al fin de tener una correlación entre la porosidad, el porcentaje de área ocupada por los carburos y la rugosidad, se determinaron estos 3 parámetros en la misma muestra metalográfica. Para tal fin, las muestras fueron pulidas con acabado espejo de una manera uniforme e igual para todas. Esto con el propósito de evitar diferencias en la

rugosidad debido a diferente técnica de pulido. Una vez obtenida la muestra se determinó el parámetro de rugosidad  $R_a$  y en la misma superficie se determinó la fracción de área ocupada por porosidad y por carburos. La tabla 7.5 muestra los valores obtenidos para las muestras tratadas térmicamente a diferentes velocidades de calentamiento a un tiempo de solución de 3 hrs. además de presentar la muestra en condición de colada y el experimento adicional de la muestra 2 con el fin de realizar un estudio comparativo.

En esta tabla se observa que todas las muestras tratadas térmicamente presentan mayor fracción de área ocupada por poros que la muestra de estructura de colada sin tratamiento térmico. Esta última presenta un valor de 0.18%. La menor fracción de área de poros encontrada en las muestras tratadas térmicamente fue de 0.43% (más del doble que la muestra de colada). La muestra 4 presenta 1.47%, siendo casi un orden de magnitud (10 veces) mayor que la estructura de colada. Finalmente, la muestra 2 con velocidad de calentamiento de 250°C/min (1300°C por 10 minutos) presentó una fracción de área ocupada por poros de 12%, casi 2 órdenes de magnitud (100 veces) mayor que la estructura de colada.

En cuanto a los carburos, se observa que todas las muestras tratadas muestran una área parcial menor que la muestra de colada. Esto indica que efectivamente se logró una disolución de carburos. El área parcial de las muestras tratadas está en un rango de 1.28 a 1.75% lo cual está relativamente homogéneo. Destaca la muestra 2 (250°C/min, 1300°C por 10 minutos) que debido a la fusión incipiente y a la resolidificación, presentó un valor alto de fracción de área de carburos siendo esta 4.94%. En la muestra 2 no hubo transformación de carburos primarios del tipo  $M_{23}C_6$  a carburos secundarios del tipo  $M_6C$ .

La rugosidad ( $R_a$ ) de la muestra de colada fue de 0.035 $\mu$ m. Las muestras tratadas térmicamente a distintas velocidades de calentamiento con un tiempo de solución de 3 horas a 1220°C, presentan una rugosidad ( $R_a$ ) de 0.031 a 0.093 $\mu$ m, nuevamente la muestra 2 presenta un valor muy alto de 0.56 $\mu$ m. La figura 7.19

muestra la gráfica de estos valores. Aunque la rugosidad este afectada por los picos de los carburos superficiales y por los valles de los poros, en la gráfica de la figura 7.19 se observa que la rugosidad esta afectada principalmente por los poros que por la diferencia entre los carburos debido a la velocidad de calentamiento, excepto en la muestra que se calentó a 2°C/min donde se observa que a pesar de una alta fracción de porosidad la disolución de carburos hacia la matriz propició una superficie mas tersa.

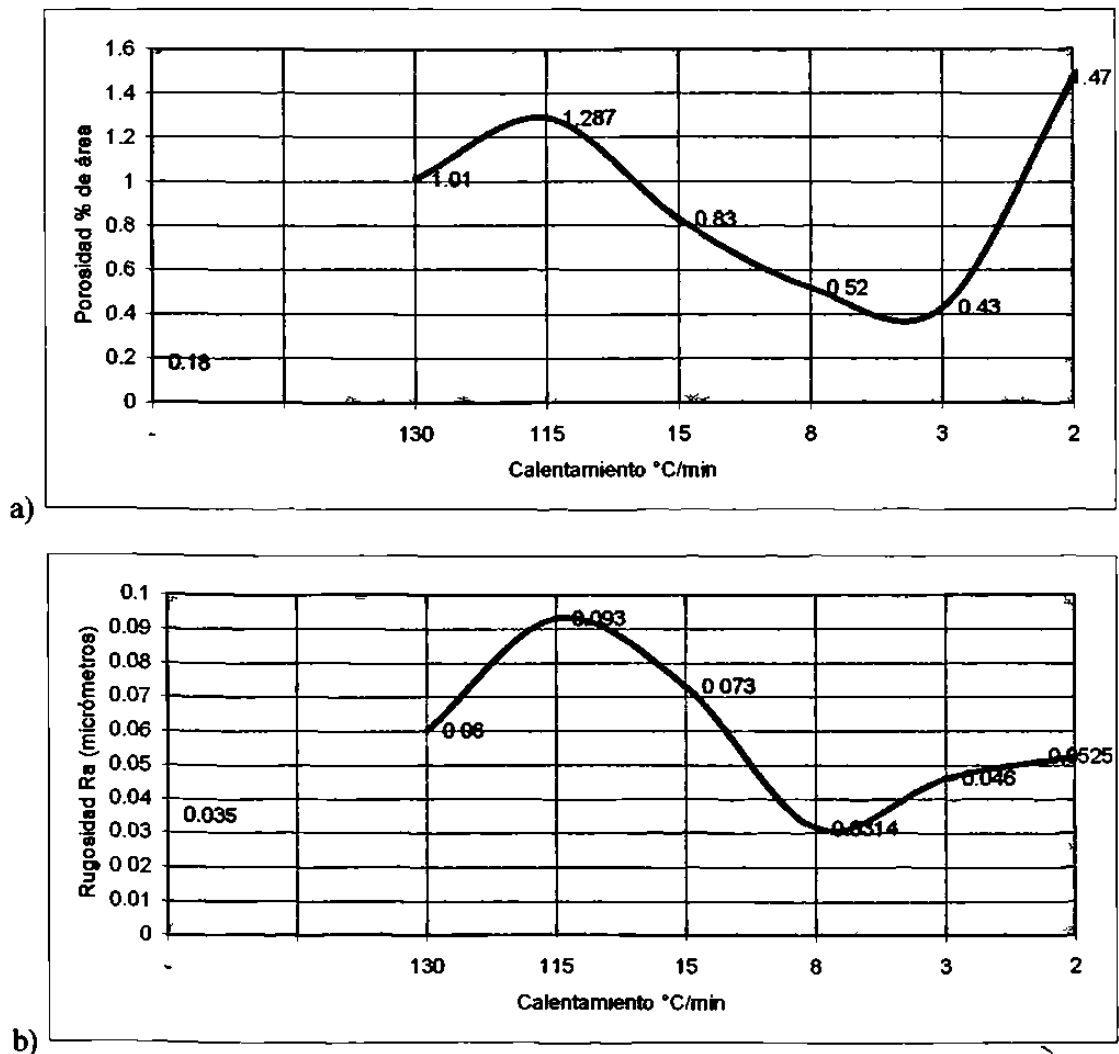


Figura 7.19 Gráficas de porosidad y rugosidad con respecto a la velocidad de calentamiento. a) Porosidad contra calentamiento. b) Rugosidad (Ra) contra calentamiento.

Durante el pulido, la fase más suave, es decir la fase alfa es la que se pule primero dejando las partículas más duras (carburos) como protuberancias. Estas protuberancias normalmente son pequeñas debido al efecto de corte ejercido por las partículas de alúmina. Una gran parte de los carburos son cortados por el efecto mencionado dejando irregularidades superficiales (protuberancias) pequeñas en forma de “puntas de icebergs”. Por otro lado cuando se ha formado la fase  $\sigma$  la cual es muy frágil y tiene una energía superficial muy baja, al pulir se desprenden de la superficie dejando el hueco de toda la partícula. El hueco de esta partícula es más grande que las protuberancias debido a los carburos. En la figura 7.20 se describe esquemáticamente lo anterior.

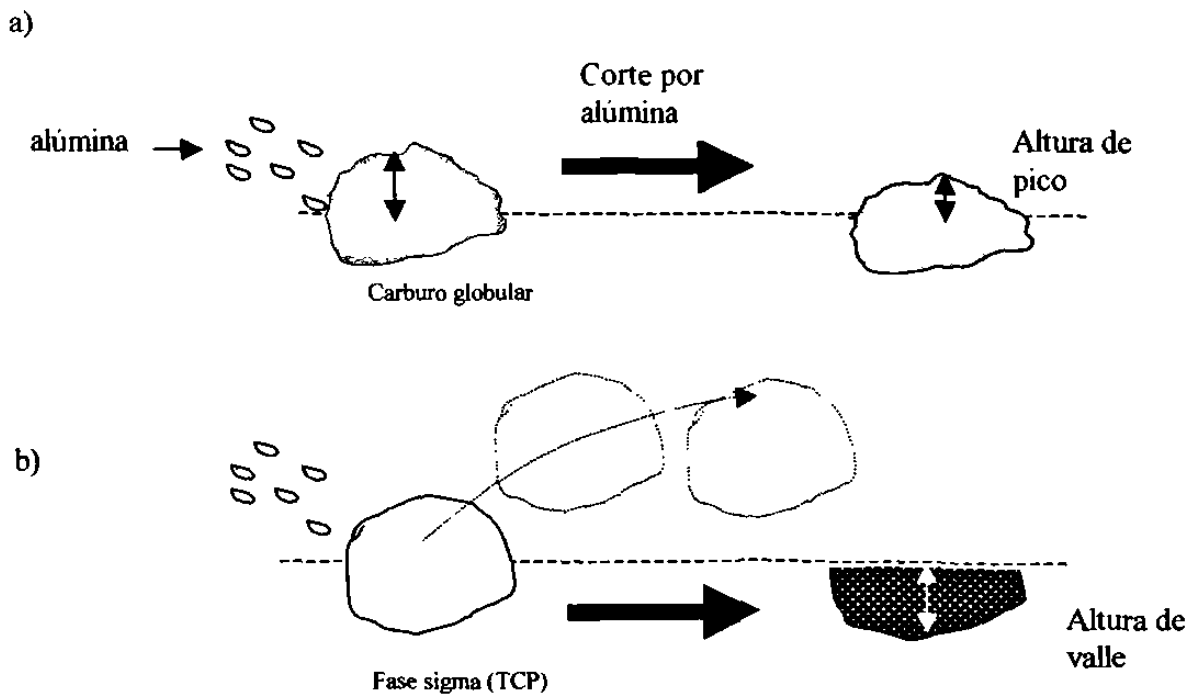


Figura 7.20 a) Esquema ilustrativo de lo que pasa con los carburos, el carburo globular es cortado disminuyendo la altura del pico de iceberg y por ende la rugosidad. b) Debido a que la fase sigma tiene una baja energía superficial, la partícula se desprende dejando el hueco de toda la partícula, esto propicia un valle más prolongado y una rugosidad mayor.

Tabla 7.5 Tabla de resultados de las muestras tratadas

MUESTRA	Colada	2	7	3	5	6	1	4
Calentamiento °C/min	-	250	130	115	15	8	3	2
% de área POROSIDAD	0.18	12	1.01	1.287	0.83	0.52	0.43	1.47
% de área CARBUROS	10.9	4.94	1.28	1.5	1.7	1.35	1.48	1.75
RUGOSIDAD Ra (micrómetros)	0.035	0.56	0.060	0.093	0.073	0.0314	0.046	0.0525

\*La muestra 2 se calentó hasta 1300°C por 10 minutos. Las demás estuvieron 3 horas a 1220°C

### 7.3.1.3 Análisis de microscopía electrónica de barrido

Las siguientes micrografías presentan la superficie de las muestras tratadas térmicamente a diferentes velocidades sin ataque químico, con el fin de revelar la morfología de los poros inducidos por el tratamiento térmico.

El calentamiento más rápido realizado en los tratamientos de solución de 3 horas a 1220°C +/- 3°C fue hecho en la muestra número 7 la cual se calentó aproximadamente a 130°C /min. La probeta se analizó en el microscopio electrónico de barrido a 1000 aumentos. En la figura 7.21 se presenta una foto-micrografía de la muestra número 7 a 1000 aumentos nominal. En esta foto-micrografía se presenta una mayor cantidad de poros que en la pieza original (estructura de colada), lo cual nos indica que el proceso de tratamiento térmico ha inducido dicha porosidad.

La figura 7.22 muestra el mismo espécimen que en la figura 7.21 pero a mayores aumentos (5000 nominal). Aquí se observa una diferencia substancial. Los poros en las muestras de colada son semi-esféricos ó elípticos y sin material dentro de los poros (ver figuras 7.6-7.9). En esta figura también se observan otros poros tienen una forma de “hueso de perro”, por este motivo se le ha denominado a estos poros como “poros tipo hueso” ó “poros tipo galleta”. Otra característica de estos poros es que en algunos se

ha encontrado material dentro de los mismos. Esta foto-micrografía es muy indicativa de la diferencia entre los poros. En la parte inferior izquierda se observa un poro elíptico, típico de la estructura de colada, de aproximadamente un diámetro mayor de 4  $\mu\text{m}$  y un diámetro menor de 3  $\mu\text{m}$ . El poro se observa “limpio”, es decir no contiene material dentro del mismo y ha sido relacionado a gases atrapados en el metal al momento de solidificar. Por otra parte, en la misma figura pero al centro y en el extremo derecho se observa claramente la morfología de poros tipo “hueso” ó “galleta”. Además se aprecia materia dentro de los poros. Estos poros tiene diámetro de eje mayor de 15  $\mu\text{m}$  y un eje menor de aproximadamente 4  $\mu\text{m}$ .

Debido al hecho de que estos poros no existían en las muestras de colada y que su morfología no corresponde a ningún tipo antes observado, sólo nos queda discernir sobre una transformación de fase. Varios Autores, Sims [3], Clemow y Daniell [1], han identificado la formación de fases inter-metálicas en el sistema Co-Cr-Mo. Estas fases inter-metálicas conocidas genéricamente como fases TCP (Topologically Compact Phases) presentan una alta dureza y una alta fragilidad. Esto ocasiona que al momento de pulir, se desprendan fácilmente las partículas de fases TCP y originen los poros observados.

Las partículas TCP entre ellas la fase sigma tiene una energía interfacial muy baja con la matriz alfa por lo que se desprenden fácilmente. Debido a que son fases inter-metálicas ricas en cobalto estas no se distinguen con el ataque químico al igual que la fase alfa.

Según el diagrama de fases pseudo-ternario de la figura 7.4 propuesto por Clemow y Daniell [1], la fase sigma ( $\sigma$ ) en el sistema Co-Cr-C a 5%Mo se forma en rangos de composición de 40 a 70% de cromo y de 0 a 0.25% de carbono. Durante el tratamiento térmico, al disolver el carburo se forman micro-áreas de segregación que cumplen con este rango de composición pudiéndose formar la fase sigma ( $\sigma$ ). Al enfriar la muestra, parte de estas micro-áreas pueden precipitar carburos del tipo  $\text{M}_6\text{C}$ , pero parte de estas micro-áreas no forman carburos y se forma la fase sigma ( $\sigma$ ).

La transformación de carburos del tipo  $M_{23}C_6$  a carburos del tipo  $M_6C$  pudo ser inhibida dando lugar a la formación de intermetálicos.

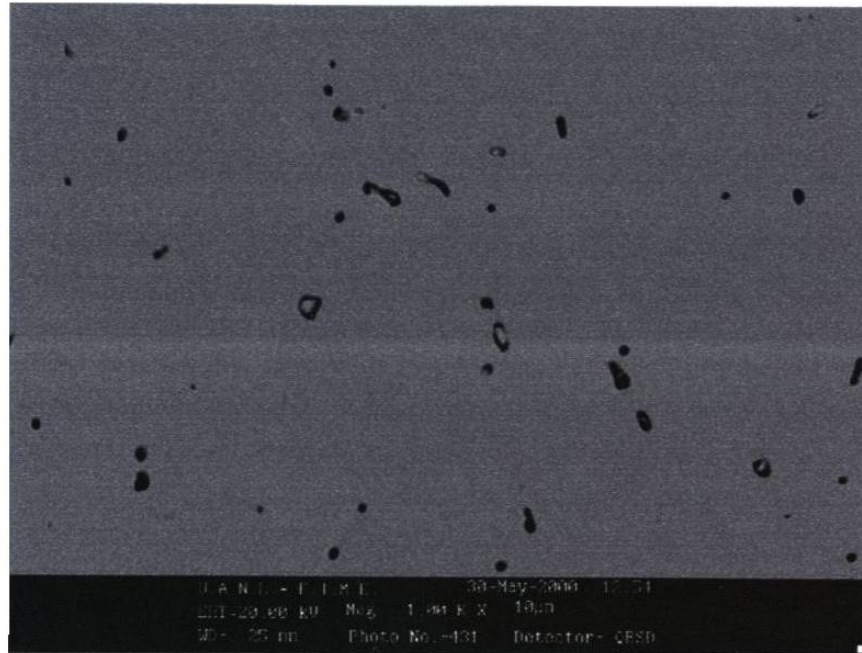


Figura 7.21 Foto-micrografía de la muestra numero 7 a 1000x Porosidad “tipo hueso” debido a fases intermetálicas



Figura 7.22. Misma figura que 7.21 a 5000x, muestra 7

En las figuras 7.23 y 7.24 se muestran las micrografías de la muestra 3, velocidad de calentamiento de 115°C/min.

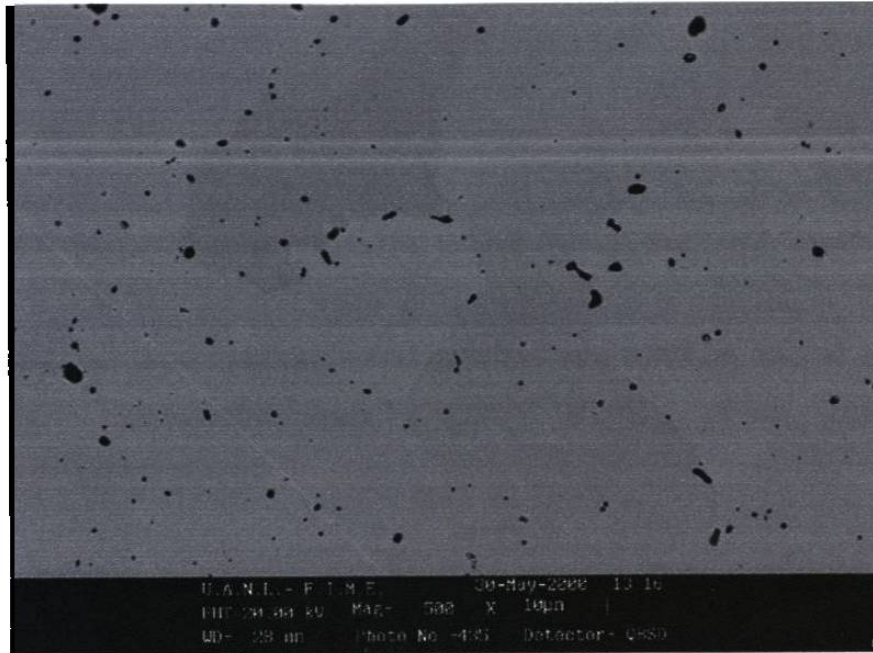


Figura 7.23 500x muestra 3

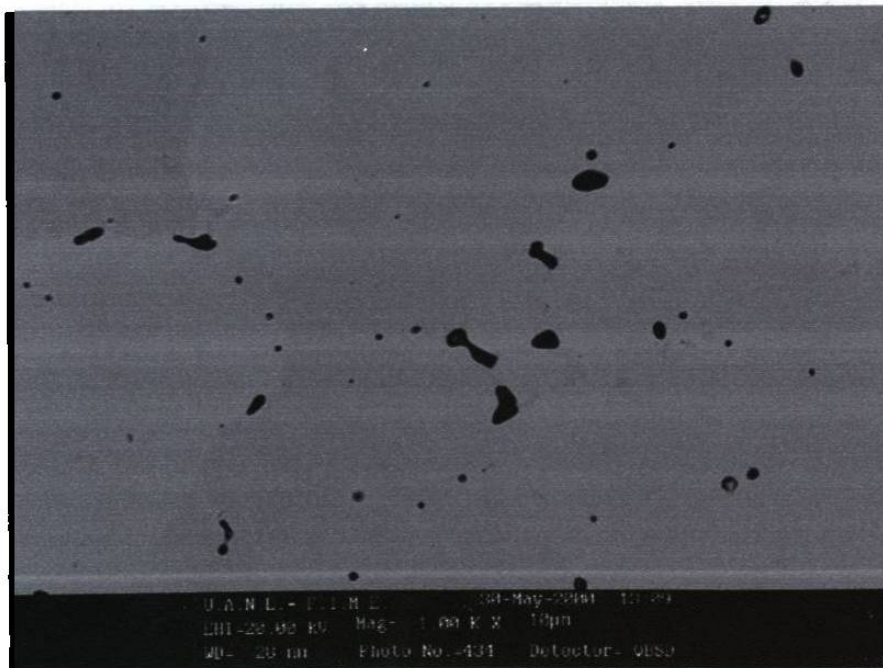


Figura 7.24 a 1000x muestra 3



Estas dos figuras muestran foto-micrografías similares a las figuras 7.21 y 7.22 (muestra 7) para probetas con diferente velocidad de calentamiento. En estas figuras se encuentra un comportamiento muy similar en cuanto a la formación de poros tipo "hueso".

Por otro lado en el análisis de imágenes (tabla 7.5) se observa, cómo la inhibición de transformación de carburos del tipo  $M_{23}C_6$  a  $M_6C$  propicia la formación de fases TCP entre ellas la fase sigma ( $\sigma$ ), lo cual eleva la fracción de área ocupada por poros. Obviamente al tener más poros en la superficie de la muestra, el valor Ra de rugosidad aumenta de la condición inicial de  $0.035\mu\text{m}$  a  $0.093\mu\text{m}$ , lo cual es alto entre las 6 muestras tratadas térmicamente a  $1220^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$  (3 hrs con diferentes velocidades de calentamiento).

La siguiente muestra en analizar es la muestra 5 la cual se calentó a una velocidad promedio de  $15^\circ\text{C}/\text{min}$  obteniendo los tipos de poros mostrados en las figuras 7.25 y 7.26.

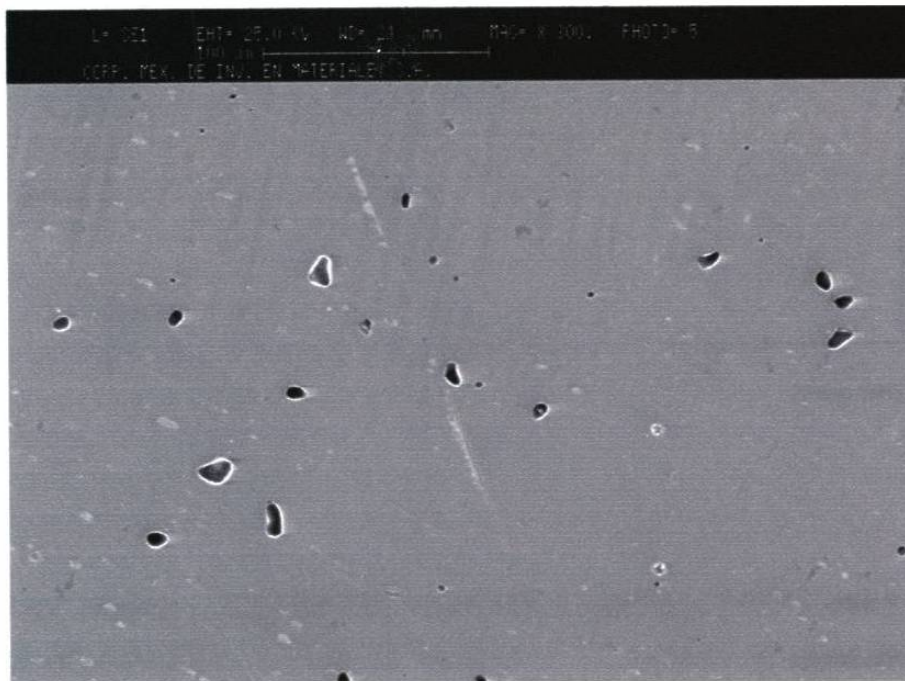
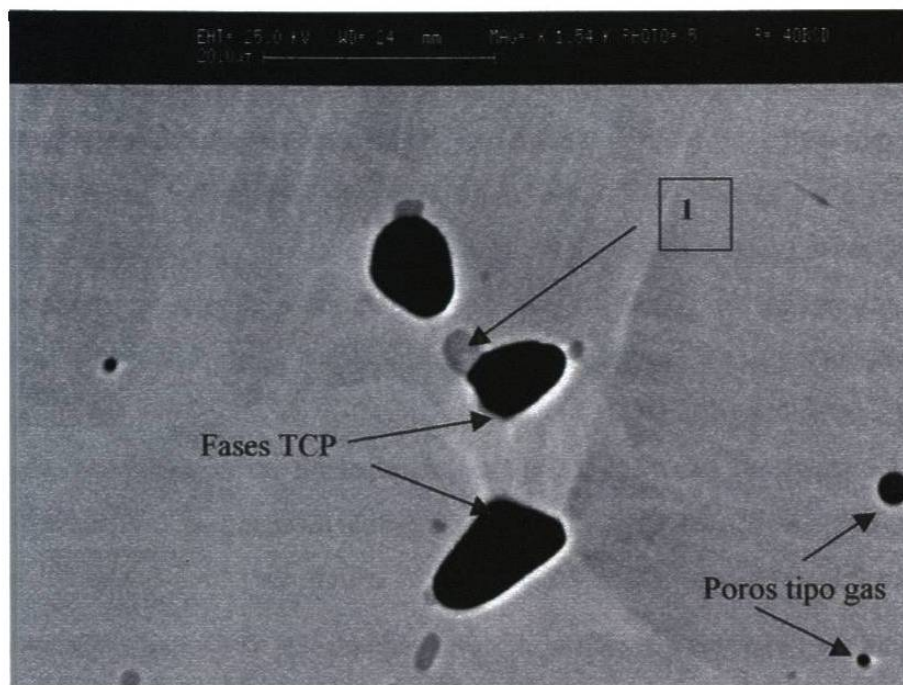
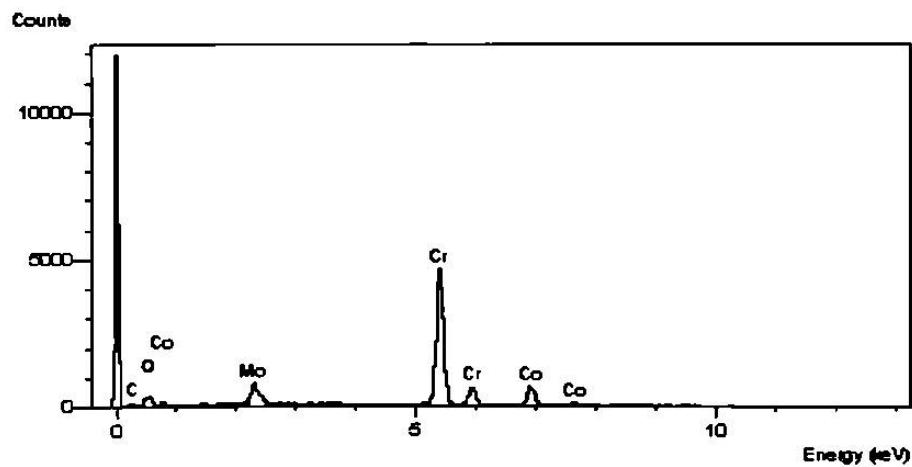


Figura 7.25 300x muestra 5



a)



b)

Figura 7.26 1540x a) Foto-micrografía de la muestra 5 (15°C/min.) mostrando poros tipo gas y poros de partículas de fases TCP. b) Espectro de dispersión de la fase TCP marcado con el número 1 en a).

La figura 7.26 es una comparación entre una foto-micrografía de la muestra 5 con una velocidad de calentamiento de 15°C/min, y un espectro semi-cuantitativo realizado en el microscopio electrónico de barrido. En la foto-micrografía se encuentran 3 poros irregulares provocados por fases TCP, en la parte central de la micrografía se percibe un poro en el que al lado se le observan algunas partículas de un color gris claro. A una de estas manchas (1), se le efectuó un análisis químico semi-cuantitativo reflejando tener composición rica en cromo, conteniendo cobalto, molibdeno y bajo contenido de carbono. Esta composición satisface la composición esperada de la disolución de un carburo del tipo  $M_{23}C_6$ . Al disolverse el carburo y difundir el carbono, se queda la composición de metales Co-Cr-Mo que satisface la formación de fase sigma (ver figura 7.4), esto es debido a que el carbono, con un diámetro atómico de 0.77 Å es un elemento que puede difundir entre los intersticios de la red atómica cúbica centrada en las caras (FCC) de la matriz de cobalto ( $\alpha$ ). Los átomos metálicos Co, Cr, Mo con radios atómicos de 1.253, 1.259 y 1.36 Å respectivamente, no pueden difundir fácilmente en la red FCC de cobalto ( $\alpha$ ) y por lo tanto forman esas micro-áreas de segregación rica en Co-Cr-Mo, siendo responsables de la formación de partículas de fase TCP entre la más importante para esta aleación, la fase sigma ( $\sigma$ ).

La muestra número 6 se calentó a una velocidad promedio de  $8^{\circ}\text{C min}$  obteniendo las micrografías de las figuras 7.27 y 7.28. Las foto-micrografías no presentaron poros tipo “hueso” o “galleta”.

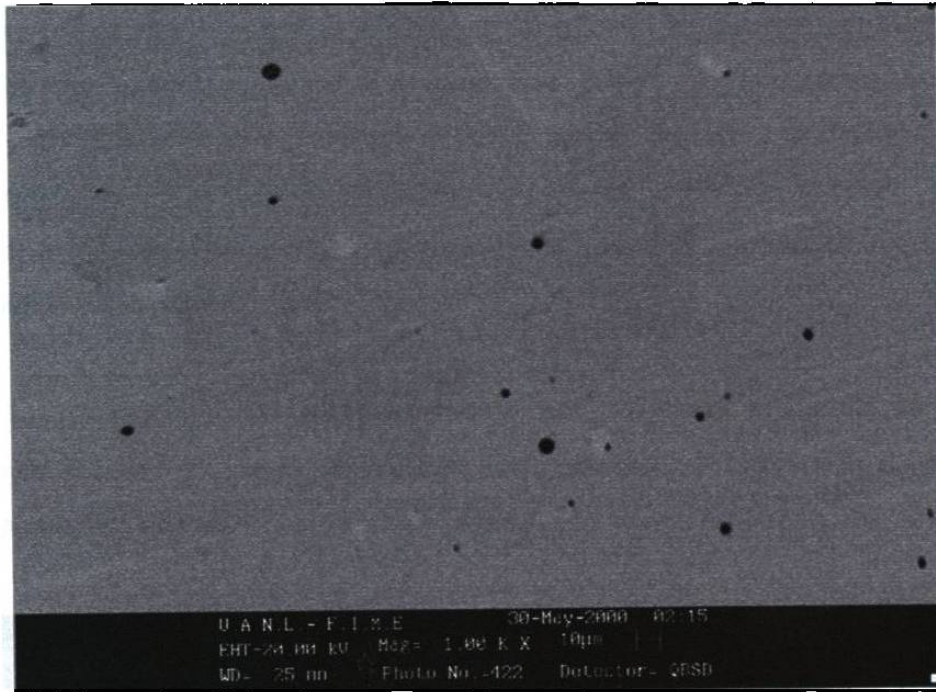


Figura 7.27 1000x muestra 6 (Poros debido a gas)

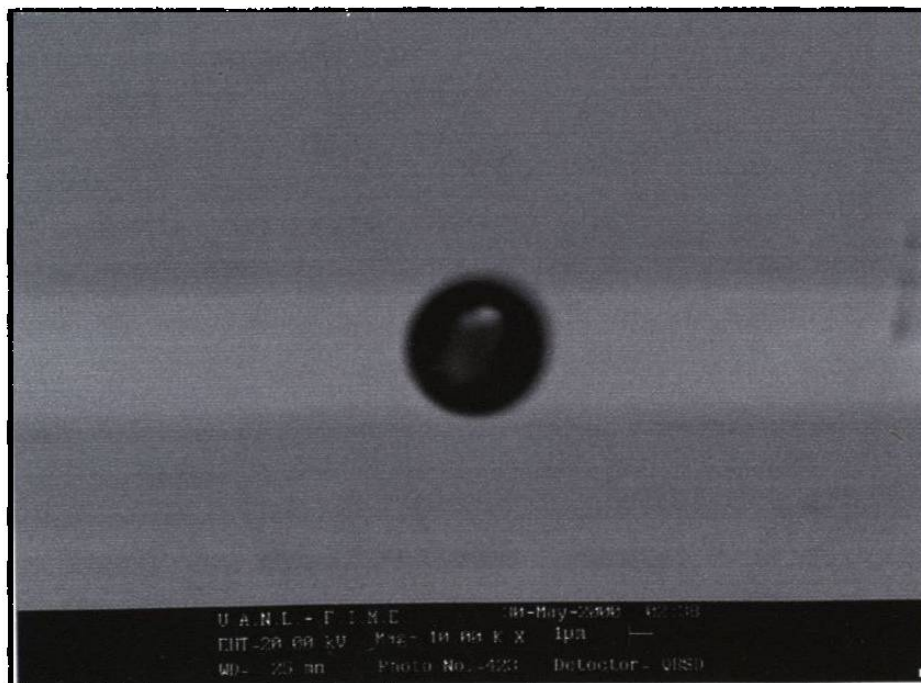


Figura 7.28 10000x muestra 6

En la foto-micrografía 7.27 (muestra 6) se observan poros semi-esféricos y elípticos provocados por gases en la solidificación, estos poros son similares a los encontrados en el espécimen original (estructura de colada), lo cual genera una baja porosidad (% de área de poros de 0.52%, ver tabla 7.5), que a su vez propicia una baja rugosidad ( $R_a = 0.0314$ ). Este punto es interesante debido que la rugosidad no tuvo un cambio significativo entre la muestra de condición de colada y la muestra (6) con calentamiento de  $8^\circ\text{C}/\text{min}$  en el tratamiento de solución. Hasta el momento podemos decir que existe una relación entre la formación de fases TCP, la fracción de porosidad-velocidad de calentamiento.

La muestra número 1 se calentó a una velocidad promedio de  $3^\circ\text{C}/\text{min}$  obteniendo las micrografías presentadas en las figuras 7.29 y 7.30 donde se observa el típico poro tipo “hueso”.

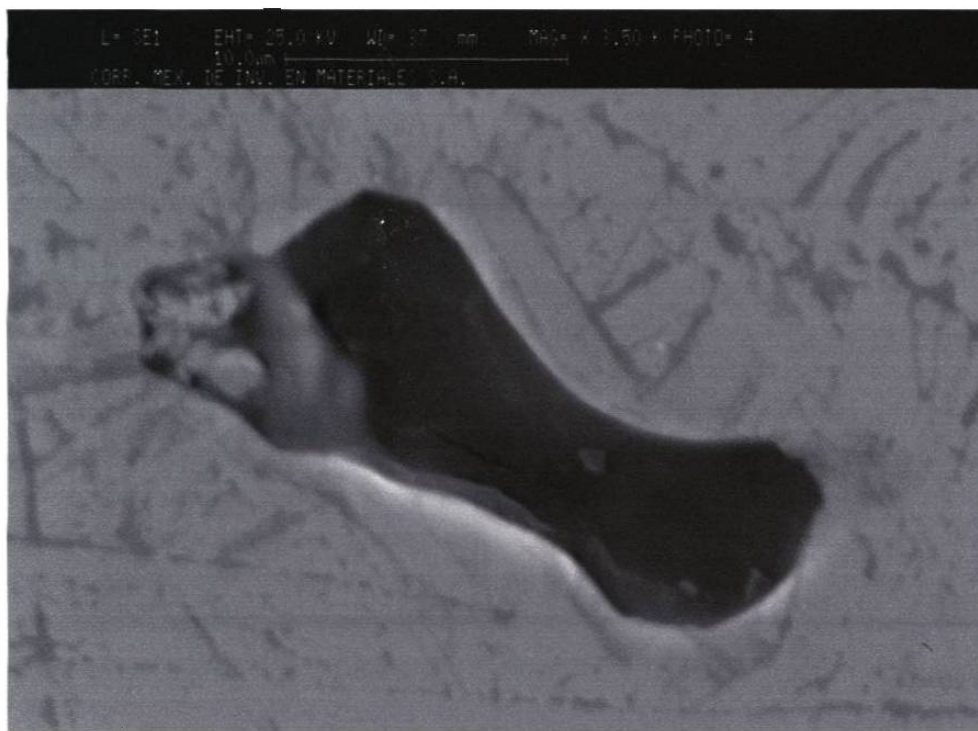


Figura 7.29 3,500x muestra 1

Poros tipo “hueso o galleta” con incrustaciones de material en su interior.



Figura 7.30 3,500x muestra 1

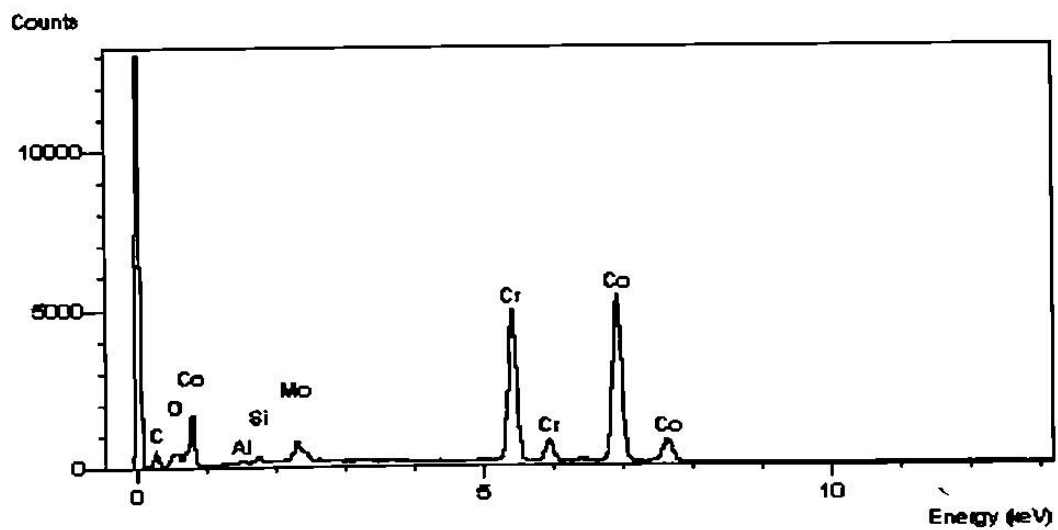


Figura 7.31 Espectro semi-cuantitativo en la parte 1 (matriz alfa) de la foto-micrografia de la Fig. 7.30

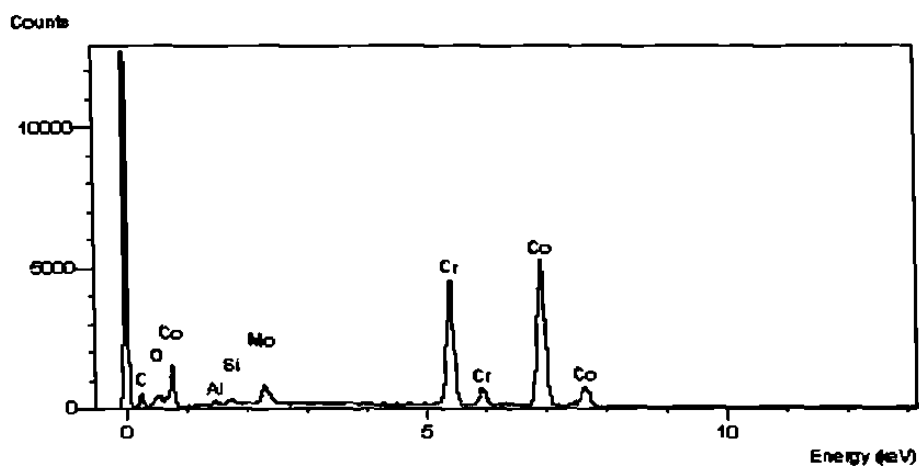


Figura 7.32 Espectro semi-cuantitativo en la parte 2 de la foto-micrografia de la Fig. 7.30

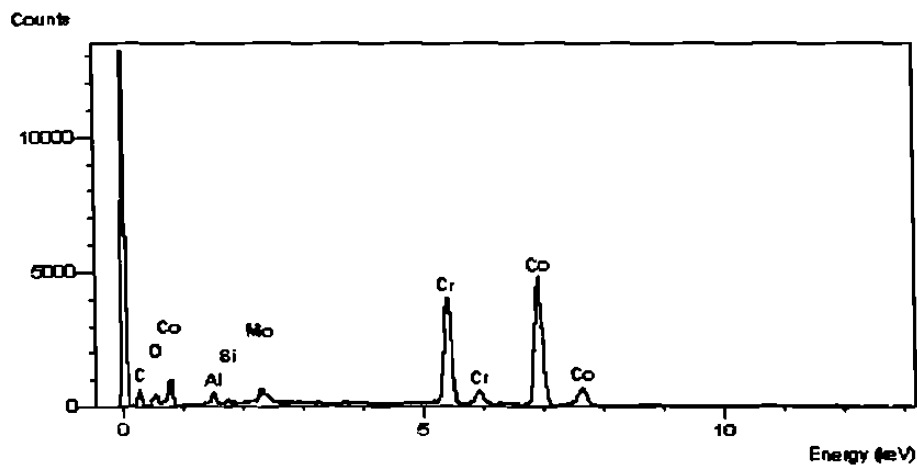


Figura 7.33 Espectro semi-cuantitativo en la parte 3 de la foto-micrografia de la Fig. 7.30

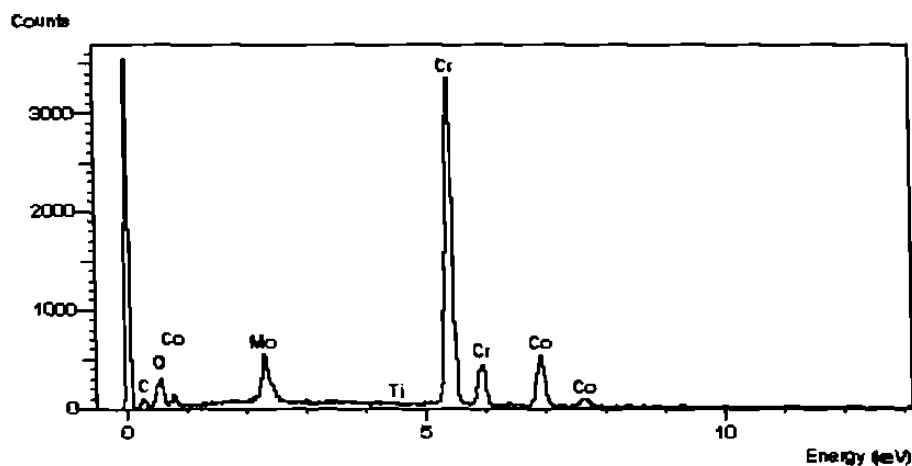


Figura 7.34 Espectro semi-cuantitativo en la parte 4 de la foto-micrografía de la Fig. 7.30

En la figura 7.30 se marcan diferentes zonas del número 1 al 4, en estas zonas se realizaron espectros de composición química y los resultados se muestran en las figuras 7.31 a la 7.34. El espectro de la figura 7.31 corresponde a la matriz (Co-Cr-Mo) y revela los picos de los elementos principales encontrados en la matriz, además estos espectros coinciden con las zonas 2 y 3 de la figura 7.30, lo cual nos indica que estamos hablando de partículas de fase alfa ( $\alpha$ ). Por otro lado se observa en el espectro de la figura 7.34 que la composición es mucho más rica en cromo y diferente a la matriz. Esta composición es típica de un carburo que ha tratado de disolverse en la matriz en el cual el carbono ha difundido dejando la composición idónea para la formación de fase sigma ( $\sigma$ ).

La muestra número 1, aunque se le observo huecos tipo “hueso” ó “galleta” debido a fases TCP, presentó relativamente un bajo por ciento de área ocupada por poros según el análisis de imágenes realizado (ver tabla 7.5). Superficialmente la rugosidad es relativamente baja debido a la poca formación de fases intermetálicas frágiles, sin embargo creemos que en la velocidad de 3° C/min, empieza a difundir el carbono de los carburos ya formados del tipo  $M_6C$ , esto debido a que el carburo no tiene



la suficiente energía para retener tiempos largos la estructura del mismo a temperatura de 1220°C. De la misma manera la muestra 4 tuvo un mayor tiempo de disolución debido a que el tiempo necesario para obtener 1220°C a partir de los 1000°C (temperatura aproximada de transformación de carburos primarios) fue aproximadamente 2 horas lo cual prolongo el tiempo de solución relativamente a las demás muestras, en especial a las muestras con velocidad de calentamiento rápido. Esto tuvo su efecto en los carburos secundarios del tipo  $M_6C$  debido a que esta estructura no tiene la suficiente energía para retener al carbono el cual se difunde hacia la matriz, esto propicia la decarburización en la estructura del tipo  $M_6C$  dando lugar a la formación de partículas intermetálicas que como ya se había mencionado anteriormente, se desprenden fácilmente durante el pulido dejando huecos.

La muestra número 4 se calentó a una velocidad promedio de 2 °C/min obteniendo las siguientes foto-micrografías mostradas en las figuras 7.35 y 7.36

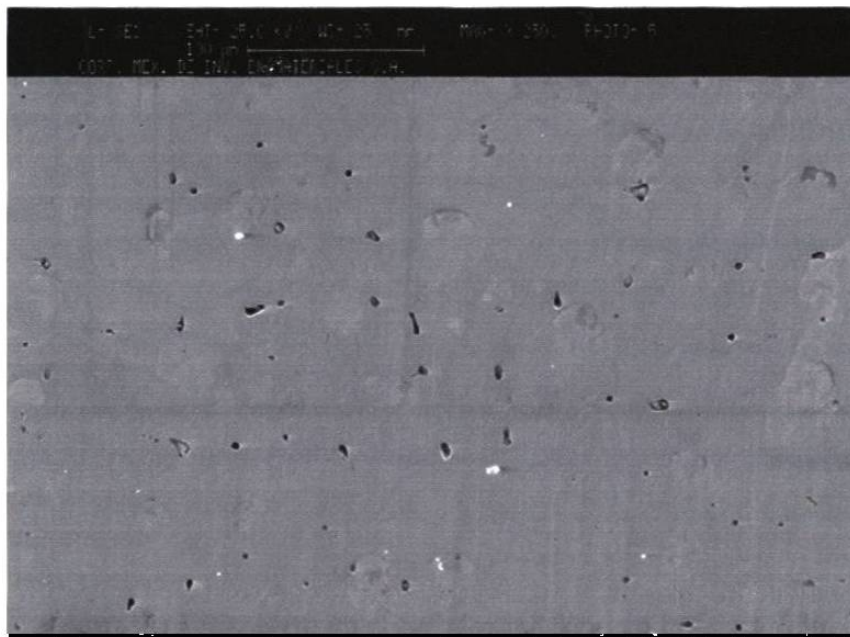


Figura 7.35 250x muestra 4

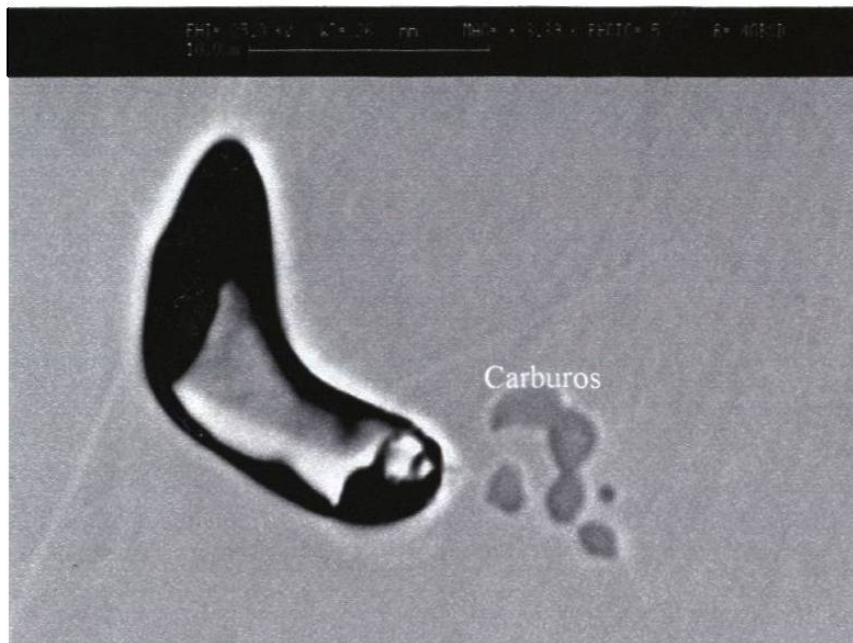


Figura 7.36 3390x muestra 4 (Imagen en retro-dispersados)  
Velocidad de calentamiento de 2 °C/min durante tres horas.

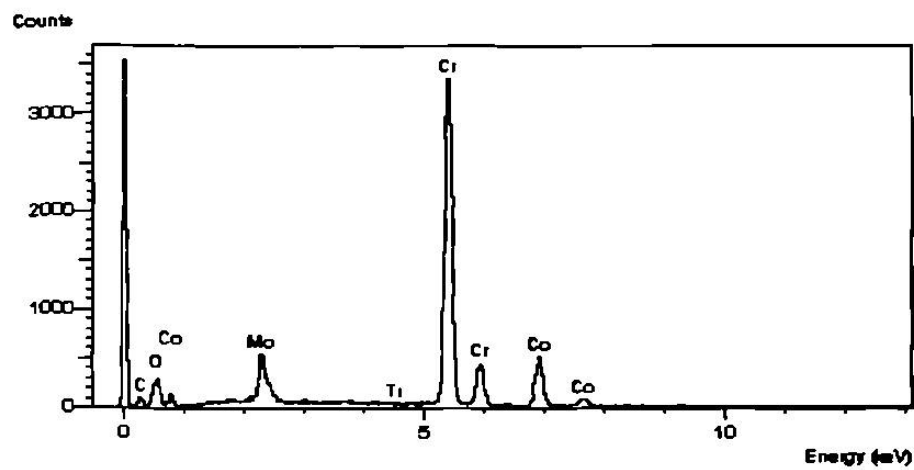


Figura 7.37 Espectro en el carburo señalado en la figura 7.36,  
Se forma cerca del poro tipo "hueso".

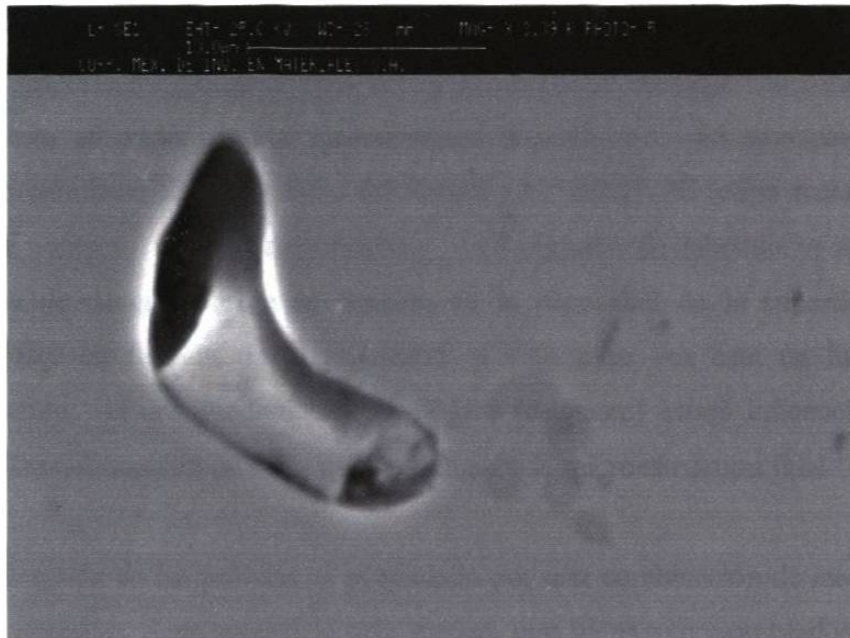


Figura 7.38 3390x muestra 4 (Imagen en secundarios)

Las figuras 7.35, 7.36 y 7.38 muestran foto-micrografías de la muestra 4, esta muestra fue calentada con una velocidad de  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  a  $1220^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  con un tiempo de solución de 3 hrs. En la foto-micrografía de la figura 7.36 se observa un poro junto a unas partículas redondas en forma de “cacahuete”, esto fue posible debido al empleo de electrones retro-dispersados del microscopio electrónico de barrido. Las manchas observadas corresponden a carburos  $\text{M}_6\text{C}$ , estos carburos se pueden observar con mayor claridad en las figuras 7.12-7.17 de la sección de análisis metalográfico en microscopía óptica, la composición de los carburos  $\text{M}_6\text{C}$  se observa en la figura 7.37 donde el cromo es el principal elemento de la partícula de carburo. Confirmando lo dicho anteriormente, las partículas de carburos obtienen las condiciones idóneas para la formación de fase sigma según el diagrama de fases pseudo-ternario  $\text{Co}-\text{Cr}-\text{C}$  a 5% Mo (figura 7.4) propuesto por Clemow y Daniell [1].

#### 7.4 Porosidad, rugosidad y comportamiento tribológico.

El comportamiento tribológico de una superficie en contacto con otra bajo cargas definidas, esta afectado por las características superficiales. El contacto tribológico entre la aleación base cobalto (esfera del fémur) y el UHMWPE (copa acetabular) es un ejemplo de contacto tribológico lubricado. El régimen de lubricación así como los mecanismos de desgaste están en función de la rugosidad de la superficie. Si esa rugosidad esta en función de la porosidad, y esta a su vez esta en función de la microestructura, el comportamiento tribológico (desgaste) estará influenciado por la cinética de transformación de fases que dará lugar a la microestructura final.

El desgaste de las prótesis es propiciado por una combinación de mecanismos de adhesión y abrasión. Una superficie muy rugosa, con picos muy acentuados, favorecerá un alto desgaste abrasivo. Una superficie muy tersa, tendrá una alta energía de adhesión y propiciará un alto desgaste adhesivo.

Así la rugosidad muy alta ó muy baja tendrán alto rango de desgaste, ver figura 7.39

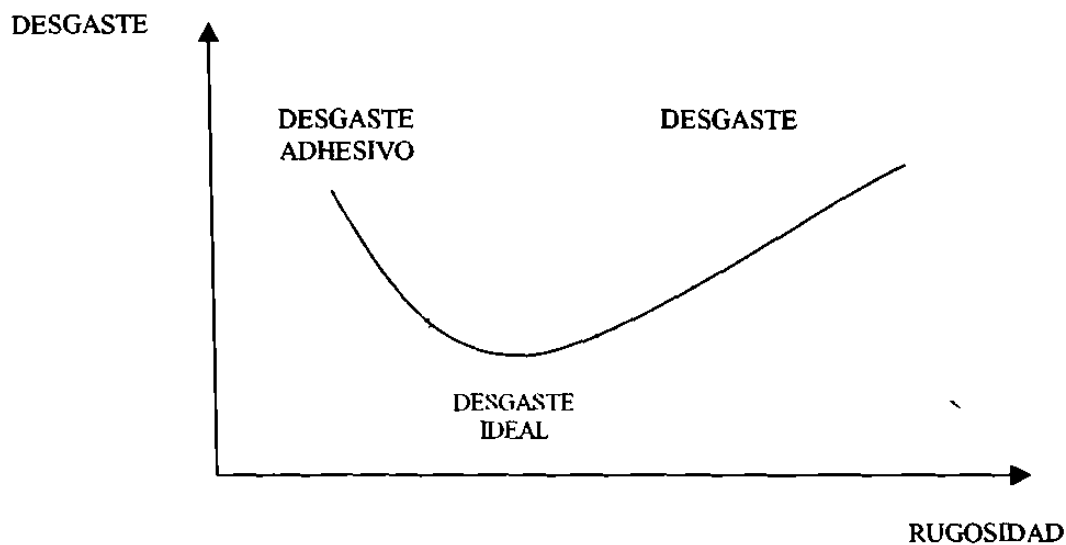


Figura 7.39 Modelo de desgaste contra rugosidad.

En la figura 7.39 se presenta una curva idealizada de desgaste. Experimentalmente este tipo de curvas ha sido encontrada por investigadores de la UANL [4]. Por lo que queda demostrado que a rugosidades altas ó bajas ocasionan alto rango de desgaste. El rango de la “rugosidad ideal” será aquel que proporcione el menor grado de desgaste. Esta rugosidad ideal en el caso de este estudio, es aquella que se obtuvo con tratamientos de solución pero sin la formación de la fase  $\sigma$  que genera porosidad y por ende aumenta la rugosidad.

### Referencias

- [1] A. J. T. Clemow and B. L. Daniell. *Journal of biomedical Materials Research*, Vol. 13, 265-279.
- [2] Paloma Rodríguez, notas experimentales (tesis, FIME-UANL), 2001.
- [3] Chester T. Sims. *Journal of metals* ., 27-42, December 1969.
- [4] Omar García Rincón, tesis, FIME, UANL: Influencia del tratamiento térmico en el comportamiento tribológico de aleación Co-Cr-Mo-C para uso quirúrgico

# Capítulo 8

## CONCLUSIONES

- La fase sigma ocasiona un incremento en la rugosidad de las superficies pulidas.
- Existe una relación entre la velocidad de calentamiento, la formación de fase  $\sigma$  y el parámetro rugosidad Ra de aleación ASTM F75 (ver figura 7.19)
- Se encontró el comportamiento de los 3 parámetros mencionados obteniendo las condiciones a las cuales se puede controlar la rugosidad.
- Se encontró que a velocidades de calentamiento de 3 a 8°C/min, los carburos primarios del tipo  $M_{23}C_6$  se transforman a carburos del tipo  $M_6C$ . A velocidades menores de calentamiento (2 a 3°C/min), el tiempo de permanencia a la alta temperatura es mayor y facilita la difusión de carbono de las partículas de carburos del tipo  $M_6C$  hacia la matriz favoreciendo la formación de fase  $\sigma$ . A velocidades mayores (15 a 135°C/min) se inhibe en una gran cantidad la transformación de carburos primarios tipo  $M_{23}C_6$  a carburos del tipo  $M_6C$ , dejando libres los átomos de carbono los cuales difunden rápidamente. Las zonas ricas en Cr-Mo forman fase  $\sigma$ .

## RECOMENDACIONES

### A) Para continuar los estudios:

- Estudiar la cinética de formación de fase  $\sigma$  en el sistema Co-Cr-Mo-C
- Mejorar la técnica de tratamiento térmico de este tipo de aleación para evitar la descarburización superficial.
- Estudiar el efecto del tiempo de solución de tratamientos térmicos con temperatura de solución de 1220°C y velocidades de calentamiento de entre 5 y 11°C/min a fin de optimizar el tratamiento térmico.

### B) Para la fabricación de prótesis de aleación ASTM F75

- Realizar tratamientos térmicos a prótesis fundidas de aleación ASTM F75 (Co-Cr-Mo-C) a velocidades de calentamiento de 7 +/- 3°C/min, a una temperatura de solución de 1220°C +/- 3°C .
- Pulir las esferas femorales de aleaciones Co-Cr utilizando alúmina de 1, 0.3 y 0.05  $\mu\text{m}$  a muestras tratadas térmicamente con las velocidades de calentamiento y temperaturas de solución mencionadas en el párrafo anterior.

## RESUMEN AUTOBIOGRAFICO

**Marco Antonio Loudovic Hernández Rodríguez**

Candidato para el grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería con Especialidad en Materiales

Tesis: Fases Intermetálicas en Aleación ASTM F75 para Prótesis

Marco Antonio L. Hernández Rodríguez nació en la ciudad de Saltillo, Coahuila, México, el 5 de noviembre de 1976. Tiene el título de Ingeniero Mecánico Eléctrico obtenido en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León, habiendo terminado sus estudios profesionales en 1998. Ingresó al programa de graduados en Ingeniería en la Facultad de Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales en 1998.



## LISTA DE FIGURAS

Figura	Descripción	Página
2.1	Mecanismo para fijar la tibia según Hipócrates	5
2.2	A) Fórceps y placas curvas para mejor acoplamiento de placa-hueso.	7
2.3	Estabilización de hueso mediante sutura con ganchos	8
2.4	Fijación interna de fracturas intra-articulares de la tibia	8
2.5	Diseños para implante de cadera total ( <i>Sulzer Bros. Ltd. Winterhur, Switzerland</i> ).	14
3.1	Diagrama pseudo-ternario de Co-Cr-C a 5% de Mo a 1210°C.	25
3.2	Diagramas de fase cuaternarios a 1200°C mostrando principalmente la ubicación de fases TCP.	26
4.1	Abordaje posterolateral (paciente colocado en posición de decúbito lateral).	39
4.2	Corte del hueso femoral para implante de prótesis total de cadera	41
4.3	Rotación.	42
4.4	Proceso de limarura	43
4.5	Proceso de prueba acetabular.	44
4.6	Colocación de tornillos.	45
4.7	Taladrado flexible.	46
4.8	Sujeción con tornillos.	47
4.9	Inserto de prueba acetabular.	49
4.10	Preparación femoral.	50
4.11	Herramental quirúrgico utilizado.	51
4.12	Inserto acetabular permanente.	53

4.13	Colocación de cabeza femoral.	54
4.14	Evaluación de movilidad.	55
4.15	Protusión acetabular.	60
4.16	Estudio histopatológico del cartílago necrótico del acetábulo.	61
5.1	Modelos de prótesis.	66
5.2	Equipo para inyección de cera (Cortesía COMIMSA)	67
5.3	Diferentes tipos de árboles de colada (Cortesía COMIMSA).	68
5.4	Recubrimiento cerámico (Cortesía COMIMSA).	69
5.5	Autoclave (Cortesía COMIMSA.)	70
5.6	Horno de sinterizado con árboles de colada en su interior (Cortesía COMIMSA.)	71
5.7	a) Se observa el método convencional sin enfriamiento y el método de solidificación direccionada. b) Vaciado de aleación ASTM F-75 (Cortesía COMIMSA).	72
5.8	Horno de inducción con cámara de vacío (Cortesía COMIMSA.)	73
6.1	Recubrimiento cerámico en uno de los cilindros.	80
6.2	Inyección de argón en crisol durante la fusión de aleación ASTM F75	80
6.3	Vaciado de metal líquido.	81
6.4	Microrrechupes en la parte superior del cilindro	82
6.5	Corte de anillos para la obtención de muestras	82
6.6	Diseño de colada utilizado (acotaciones en mm).	83
6.7	Curvas y tabla comparativa (propiedades mecánicas) de Trat. térmicos de envejecido y solución de aleación ASTM-F75.	85
6.8	Horno eléctrico	86
6.9	Termopar tipo "R" y termómetro digital fluke serie 54	86
6.10	Resultados de rugosidad (Ra) del rugosímetro Taylor Hobson.	90

7.1	Estructura de colada de la aleación	92
7.2	Mismo espécimen que la figura 7.1 a 200x.	93
7.3	Mismo espécimen que la figura 7.1 a 400x	93
7.4	Diagrama pseudo-ternario de Co-Cr-C a 5% de Mo a 1210°C	94
7.5	Se observa una matriz de cobalto alfa.....	96
7.6	Misma muestra que en la figura 7.5 pero a mayor magnificación	96
7.7	Misma muestra que 7.5	97
7.8	Misma muestra que 7.5 a mayor aumento	97
7.9	Misma muestra que la fig. 7.5 a mayor aumento	98
7.10	Curvas de calentamiento para alcanzar la temperatura de solución de 1220°C	100
7.11	Microestructura de colada a 400x	101
7.12	Muestra 7 (400x)	103
7.13	Muestra 3 (400x)	103
7.14	Muestra 5 (400x)	104
7.15	Muestra 6 (400x)	104
7.16	Muestra 1 (400x)	105
7.17	Muestra 4 (400x).	105
7.18	Muestra 2 (400x)	106
7.19	Graficas de porosidad y rugosidad con respecto a la velocidad de calentamiento.	109
7.20	Esquema ilustrativo	110
7.21	Foto-micrografia de la muestra numero 7	113
7.22.	Misma figura que 7.21 a 5000x, muestra 7	113
7.23	500x muestra 3	114
7.24	Muestra 3 a 1000x	114

7.25	300x	muestra 5	115
7.26	1540x	muestra 5	116
7.27	1000x	muestra 6 (Poros debido a gas)	118
7.28	10000x	muestra 6	118
7.29	3,500x	muestra 1	119
7.30	3,500x	muestra 1	120
7.31	Espectro semi-cuantitativo en la parte 1 (matriz alfa) de la foto-micrografía de la Fig. 7.30		120
7.32	Espectro semi-cuantitativo en la parte 2 de la foto-micrografía de la Fig. 7.30		121
7.33	Espectro semi-cuantitativo en la parte 3 de la foto-micrografía de la Fig. 7.30		121
7.34	Espectro semi-cuantitativo en la parte 4 de la foto-micrografía de la Fig. 7.30		122
7.35	250x	muestra 4	123
7.36	3390x	muestra 4 (Imagen en retro-dispersados) Velocidad de calentamiento de 2 °C/min durante tres horas.	124
7.37	Espectro en el carburo señalado en la figura 7.36, Se forma cerca del poro tipo "hueso".		124
7.38	3390x	muestra 4 (Imagen en secundarios)	125
7.39	Modelo de desgaste contra rugosidad.		126

## LISTA DE TABLAS

Tabla	Descripción	pagina
3.1	Requerimientos químicos de colada (% en peso) de la aleación ASTM F75-92 Cobalto-Cromo-Molibdeno fundida.	18
3.2	Tolerancias en los requerimientos químicos para producto final (% en peso).	18
3.3	Propiedades mecánicas para aleación ASTM F75 en condición de colada.	19
3.4	Requerimientos Químicos para aleación forjada (% en peso)	19
3.4	Tolerancias en los requerimientos químicos para producto final (% en peso) de una aleación forjada ASTM F799-96.	20
3.6	Propiedades Mecánicas para una aleación forjada ASTM F799-96.	20
3.7	Requerimientos Químicos de colada (% en peso).	21
3.8	Tolerancias en los requerimientos químicos para producto final (% en peso) para una aleación ASTM F1537-94	22
3.9	Propiedades Mecánicas de aleaciones Co-Cr para implante quirúrgico.	22
5.1	Composición química para aleación fundida de ASTM-F75 (Designación F75-92)	75
5.2	Propiedades mecánicas para la aleación ASTM-F75 en condición de colada	76
7.1	Análisis químico (% en peso)	91

7.2	Fracción de área de los poros encontrados en la estructura de colada.	99
7.3	Fracción de área de los carburos presentes en la estructura de colada.	99
7.5	Tabla de resultados de las muestras tratadas	111

