



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

TÍTULO DEL TRABAJO
**“EFECTO DEL TRATAMIENTO TÉRMICO
EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE
LA ALEACIÓN COBALTO-CROMO”**

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:
MARCO ANTONIO AGUILAR MÉNDEZ

TUTOR PRINCIPAL
DR. JULIO A. JÚAREZ ISLAS
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

MIEMBROS DEL COMITÉ TUTOR
DR. RAÚL HERRERA BECERRA
INSTITUTO DE FÍSICA

DR. OCTAVIO ÁLVAREZ FREGOSO
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

MEXICO, D.F. JUNIO 2015



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

*A la memoria de mi padre **Fernando Aguilar Álvarez**,
quien cultivó en mí un espíritu de dedicación y trabajo.*

I. Índice general

I. Índice general.....	1
II. Resumen.....	4
III. Hipótesis.....	6
IV. Objetivos.....	8

1 Marco teórico

1.1. Biocompatibilidad.	9
1.2. Biomateriales Metálicos.	11
1.2.1. Acero Inoxidable.	13
1.2.2. Aleaciones Base Titanio.	16
1.2.3. Aleaciones Base Cobalto.	19
1.3. Diagrama de fases de la aleación Co-Cr.....	24
1.3.1. Estructura de colada.	27
1.3.1.a) Defectos de colada.....	29
1.4. Tratamientos Térmicos de la aleación Co-Cr.....	33
1.5 Tratamiento Térmico de Solubilidad de Fase ϵ -Co.	37
1.6 Tratamiento Térmico de Transformación de Fase α -Co a ϵ -Co.....	39
1.7 Recocido.	41
1.8 Defectos Cristalinos.	44
1.8.1. Dislocaciones.	46
1.8.2. Fallas de apilamiento.	48
1.8.3. Límites de grano.	51
1.9 Propiedades Mecánicas.	54
1.9.1. Dureza.	56
1.9.2. Tensión.	59
1.10 Técnicas de caracterización.	61
1.10.1 Microscopia Electrónica de Barrido.....	62
1.10.2 Difracción de rayos X.....	65

2 Metodología

2.1	Fusión/Solidificación de la aleación Cobalto-Cromo.	68
2.2	Corte de muestras.	71
2.3	Tratamientos térmicos.	73
2.4	Preparación Metalográfica.	76
2.5	Pruebas de dureza.	79
2.6	Ensayos de Tensión.	81

3 Resultados experimentales

3.1	Muestra de Colada.	84
3.1.1.	Microscopia Electrónica de Barrido.	86
3.1.2.	Rayos X.....	88
3.1.3	Tensión.	89
3.2	Muestra con tratamiento térmico 1.	90
3.2.1.	Microscopia Electrónica de Barrido.	91
3.2.2.	Rayos X.....	93
3.2.3	Tensión.	94
3.3	Muestra con tratamiento térmico 2.	95
3.3.1.	Microscopia Electrónica de Barrido.	96
3.3.2.	Rayos X.....	98
3.3.4	Tensión.	99
3.4	Muestra con tratamiento térmico 3.	100
3.4.1.	Microscopia Electrónica de Barrido.	101
3.4.2.	Rayos X.....	103
3.4.3	Tensión.	104
3.5	Muestra con tratamiento térmico 4.	105
3.5.1.	Microscopia Electrónica de Barrido.	106
3.5.2.	Rayos X.....	108
3.5.3	Tensión.	109
3.6	Muestra con tratamiento térmico 5.	110
3.6.1.	Microscopia Electrónica de Barrido.	111
3.6.2.	Rayos X.....	113
3.6.3	Tensión.	114
3.7	Muestra con tratamiento térmico 6.	115
3.7.1.	Microscopia Electrónica de Barrido.	116
3.7.2.	Rayos X.....	118

3.7.3 Tensión.	119
3.8 Durezas de probetas de colada y con tratamiento térmico.	120

4 Análisis de resultados.

4.1 Muestras con tratamiento térmico de 3 horas.	122
4.2 Muestras con tratamiento térmico de 1 hora.....	127

Conclusiones.....	133
--------------------------	------------

Revisión Bibliográfica.....	136
------------------------------------	------------

II. Resumen

Se conoce la necesidad de la reducción de fallas en materiales para implantes dentales, prótesis de cadera y cráneo y válvulas cardiacas principalmente, partiendo de ello se tiene la aleación Co-20% en peso Cr obtenida por solidificación rápida con un alto potencial biocompatible por lo que es primordial evaluar sus propiedades mecánicas y el efecto de las mismas ante un tratamiento térmico.

En este trabajo se trataron térmicamente 6 muestras de la aleación Co-20% en peso Cr, dos de ellas a una temperatura de 1050°C una muestra durante 1h y la otra durante 3 horas, otras dos se trataron térmicamente a una temperatura de 900°C durante 1 y 3 horas respectivamente, las dos muestras restantes se trataron a una temperatura de 750°C durante 3hrs y 1h respectivamente, todas las muestras fueron encapsuladas con vacío para evitar la oxidación. Después del tratamiento térmico, las 6 muestras fueron pulidas y atacadas con ácido, posteriormente se observó su microestructura mediante un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) encontrando una superficie con un gran número de líneas de deformación lo que según la bibliografía indica la presencia de una fase de estructura hexagonal compacta (hcp por sus siglas en ingles).. Se hicieron rayos X a las muestras confirmándose la presencia de la fase hcp y una fase minoritaria de estructura centrada en las caras (fcc por sus siglas en ingles). Se maquinaron 6 probetas para pruebas de tensión encontrando al final que la que tuvo mejores resultados fue la probeta que se trató a 750°C durante 1h obteniendo una elongación de 26.5%. También se realizaron pruebas de dureza en las 6 muestras encontrándose que la dureza no se ve

afectada, ya que el tiempo de tratamiento es relativamente corto como para influir, de los resultados de dureza más relevantes se obtuvo una dureza de 18 Rockwell C que es la escala para aceros duros.

Finalmente, después de la revisión exhaustiva de los resultados se concluyó que el factor determinante para la mejora de la elongación y resistencia de la aleación Co-20% en peso Cr es la temperatura de 750°C con un tiempo de tratamiento de una hora, porque obtuvo las mejores propiedades mecánicas, lo cual además concuerda con lo observado por MEB en la microestructura y por rayos X encontrando que a esta temperatura la fase predominante es la hcp, que según la bibliografía, es la que posee las mejores propiedades mecánicas a nivel microestructural.

III. Hipótesis

Partiendo de una aleación base Cobalto (Co-20% en peso Cr) enfriada rápidamente mediante un molde de cobre enfriado con agua, después de observar su microestructura, sabemos que no presenta segregación y posee una región interdendrítica fina con una matriz que presenta marcas de deformación relacionadas con una transformación martensítica a térmica de fase alfa (α -Co) fcc a fase épsilon (ϵ -Co) hcp por el efecto de temple del molde [1], con propiedades mecánicas; dureza promedio de 25 Rockwell C, elongación de 5% y una resistencia a la cedencia de 150 Mpa. Con el objetivo de mejorar estas propiedades mecánicas y con el conocimiento de la relación directa de la microestructura con las propiedades mecánicas mediante defectos tales como vacancias, dislocaciones, fallas de apilamiento, maclas, precipitados y límites de grano, se plantea modificar su microestructura mediante tratamiento térmico. La aleación contiene una gran cantidad de esfuerzos residuales tal como lo reflejan las líneas de deformación por lo que con un aumento de la temperatura podríamos activar el relevado de dichos esfuerzos lo cual permitirá también el reacomodo de dislocaciones y de la fase hcp para obtener una elongación mayor a 5% y una resistencia a la cedencia superior a 150 Mpa. Se plantea hacer un análisis de los resultados para cada propiedad (Dureza y Tensión), después de los tratamientos, similar al realizado en aleaciones Co-Cr-Mo por Dobbs et al. [2] para encontrar la correlación de los parámetros con las propiedades mecánicas y elegir el tratamiento que nos de las mejores propiedades mecánicas. Se espera que el crecimiento de la fase- ϵ hcp siga presentando transformación martensítica aunque esta vez sea isotérmica [1] y también reducir la nucleación y crecimiento de precipitados durante los

tratamientos térmicos similar a lo que ocurre en la aleación Co-Cr-Mo con base en el estudio de Mineta et al. [3], aunque nuestro trabajo no se centra en el crecimiento de precipitados, siempre será favorable evitar que crezcan durante los tratamientos.

El control de las variables mencionadas anteriormente, en la aleación, es de gran importancia para el producto final ya que contribuirá a la durabilidad, facilidad de maquinado y reducción de costo.

IV. Objetivos

Objetivo General

- Mejorar las propiedades mecánicas de dureza y tensión en la aleación Co-20% en peso Cr mediante la aplicación de tratamientos térmicos.

Objetivos Particulares

- Caracterización, por Microscopía Electrónica de Barrido y Rayos X, de las probetas tratadas térmicamente en la aleación Co-20% en peso Cr.
- Proponer el tratamiento térmico más óptimo para mejorar los implantes y prótesis con la aleación de Co-20% en peso Cr.

Capítulo 1

Marco teórico

1.1 Biocompatibilidad.

El hecho más importante que distingue un biomaterial de algún otro material es su habilidad para existir en contacto con el tejido del cuerpo humano sin causar un daño inaceptable. La manera en la cual la coexistencia de biomateriales y tejido es desarrollada y sostenida, ha sido de interés para científicos materialistas y usuarios de dispositivos médicos por muchos años.

La biocompatibilidad tradicionalmente se ha preocupado por dispositivos implantables que han sido destinados a permanecer dentro de un individuo por un largo tiempo. Para quienes estaban desarrollando y utilizando la primera generación de dispositivos implantables, durante los años entre 1940 y 1980, se fue haciendo cada vez más evidente que biológicamente el mejor rendimiento se lograría con materiales que eran los menos reactivos químicamente. Así, dentro de sistemas metálicos de aceros al carbono y aceros con vanadio, los cuales mostraron corrosión, fueron reemplazados por aceros inoxidables cada vez superiores, posteriormente por aleaciones cobalto-cromo fuertemente pasivadas, las aleaciones de titanio y los metales del grupo del platino. Con polímeros, el nylon y poliésteres fácilmente disponibles y versátiles eran reemplazados por materiales más resistentes a la degradación del politetrafluoroetileno (PTFE), polimetilmetacrilato (PMMA), polietileno y siliconas. De acuerdo con este enfoque, los criterios de selección

para biomateriales implantables evolucionaron como una lista de eventos que había que evitar, la mayoría de ellos procedentes de eventos asociados con la liberación de algunos productos de la corrosión o degradación, o aditivos contaminantes o de los constituyentes principales del biomaterial, y su actividad biológica posterior, ya sea localmente o sistémicamente. Por lo tanto, se seleccionaron materiales, o de vez en cuando se desarrollaron, sobre la base de que serían no tóxicos, no inmunogénicos, no trombogénicos, no carcinogénicos, no irritantes y así sucesivamente, una lista de aspectos negativos como devenir, de forma predeterminada, la definición de biocompatibilidad [4]. Por consiguiente, se considera que el edicto muy básico de biocompatibilidad, que se equipara con la seguridad biológica, de que el material no debe hacer daño al paciente, ya no era un pre-requisito suficiente. En consecuencia, la biocompatibilidad se redefinió en 1987 como sigue:

Biocompatibilidad se refiere a la habilidad de un material de desempeñarse con una apropiada respuesta de alojamiento en una situación específica [5].

Un biomaterial es, por definición, ajeno al cuerpo, ya sea como recipiente de un dispositivo quirúrgicamente invasivo, de una construcción para los fines de la medicina regenerativa, un tipo de fármaco o la entrega de genes o un vehículo para ayudar en el diagnóstico o imágenes. Cualquiera que sea la función requerida o propósito, el dispositivo o constructo, y por lo tanto el material de su construcción, no deben producir clínicamente significativos efectos negativos en el paciente o huésped. Sin embargo, se debe esperar para permitir que el material produzca pasiva o activamente efectos demostrables beneficiosos en ese huésped, ya sea la estimulación de la diferenciación

específica en las células madre, asistencia positiva en el mantenimiento del fenotipo celular, la facilitación de endotelización de los dispositivos intravasculares o el control farmacológico de las respuestas indeseables, tales como hiperplasia asociada con los stents intravasculares y osteolisis asociados con la liberación de partículas de desgaste de las prótesis de reemplazo de articulaciones.

Por tanto, teniendo en cuenta estas nuevas consideraciones, podemos redefinir la biocompatibilidad de la siguiente manera:

Biocompatibilidad se refiere a la capacidad de un biomaterial para realizar la función deseada con respecto a una terapia médica, sin provocar efectos locales o sistémicos indeseables en el receptor o beneficiario de la terapia, para la generación de la más apropiada respuesta celular o de tejido en esa situación específica, y optimizar el rendimiento clínicamente relevante de la terapia [4].

1.2 Biomateriales Metálicos.

En esta era de la ingeniería de tejidos, los metales siguen representando un porcentaje sustancial de los materiales utilizados clínicamente y, para muchas aplicaciones, aún representan el punto de referencia para el éxito. Los metales tienen los atributos de resistencia, rigidez, de tenacidad y resistencia al impacto, propiedades que son particularmente importantes para las aplicaciones de soporte de carga, tales como reemplazos articulares totales. [6]

Los biomateriales metálicos tienen una larga historia entre varios biomateriales. El acero inoxidable fue el primero usado satisfactoriamente como un material de implante en el campo quirúrgico, como se muestra en la figura 1[7]. Este éxito fue logrado cuando se estableció la cirugía aséptica. Entonces el vitalium, una aleación base cobalto, fue puesta en uso. El titanio es el más reciente biomaterial metálico de entre los tres principales tomando en cuenta el acero inoxidable y aleaciones base cobalto, los cuales son principalmente usados como dispositivos de implante reemplazando tejido duro fallido, por ejemplo, articulaciones de cadera, articulaciones de rodilla artificiales, placas de hueso, implantes dentales, válvulas cardíacas, etc. [8].

Los biomateriales metálicos anteriormente mencionados son susceptibles a fallar debido a errores en el proceso de fabricación o a las limitaciones de los mismos por lo que es necesario mejorar los procesos y las características de cada material. Los desarrollos recientes para evitar fallas en biomateriales metálicos se clasifican en cuatro categorías principales: en primer lugar, la modificación de superficies para mejorar interacciones de la superficie celular y la adaptación biológica, incluyendo morfológicas y estrategias de modificación química; en segundo lugar, ruptura de los metales, incluidos los mecanismos de corrosión y desgaste, así como las estrategias para mejorar la resistencia a la corrosión y al desgaste; en tercer lugar, la respuesta biológica a los metales en la célula y a niveles moleculares; y en cuarto lugar, las nuevas aleaciones y diseños [6].

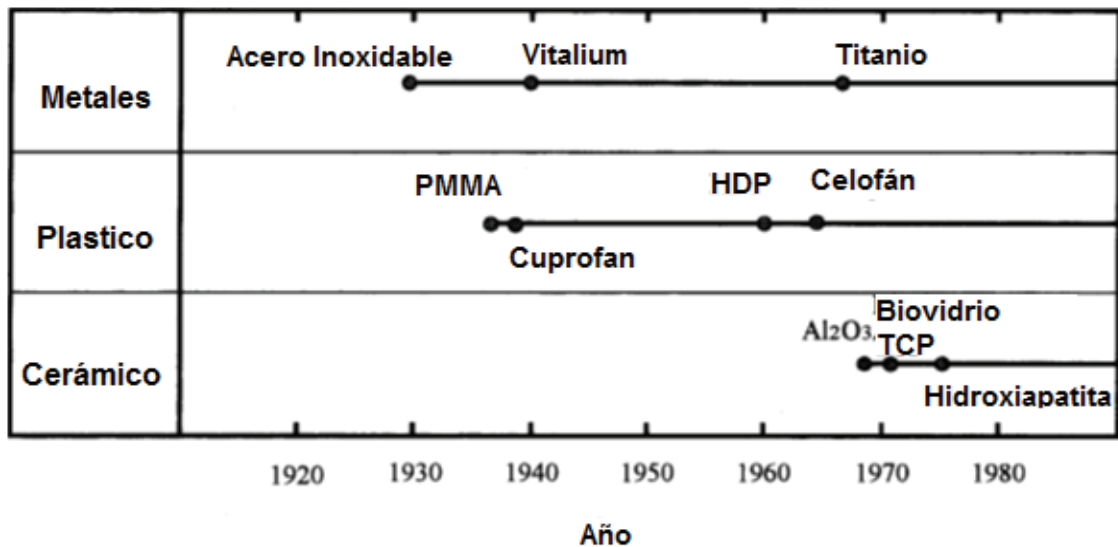


Fig. 1—Historia de los metales, plásticos y cerámicos para aplicaciones biomédicas [8].

1.2.1 Acero Inoxidable.

El acero inoxidable fue descubierto en 1904 por León Guillet [9]. El uso de acero inoxidable en aplicaciones quirúrgicas comenzó en 1926, cuando Strauss patentó el acero inoxidable 18Cr-8Ni que contiene 2-4% de molibdeno y un muy bajo porcentaje de carbono, que tiene suficiente resistencia a la corrosión para la implantación en el cuerpo humano. El uso de acero inoxidable en la cirugía ortopédica abrió una amplia gama de nuevas posibilidades en el tratamiento de fracturas óseas. Hoy en día, el acero inoxidable es el material más frecuentemente utilizado para la fijación interna. Su biocompatibilidad ha sido probada por implantación humana con éxito durante décadas. Además, material de implante de acero inoxidable demuestra una buena combinación de resistencia mecánica, ductilidad, la rentabilidad, y la respuesta de fabricación.

Composición química

Los requisitos químicos para la calidad del implante de acero inoxidable están estandarizados en la norma ISO 5832-1 Composición D (Tabla 1) y ASTM F138 y F139. El mínimo contenido de 2.25% de molibdeno y el alto contenido de cromo garantizan que el requisito de composición $\% \text{Cr} + 3,3 (\text{X}) \% \text{Mo} \geq 26$ se cumplirá. Esta fórmula proporciona una medida cuantitativa de la resistencia al ataque de corrosión localizada y se conoce como la resistencia a la picadura (PRE). El contenido de níquel nominal en la calidad del implante de acero inoxidable es significativamente mayor que en el de calidad comercial y es principalmente responsable de mantener una microestructura no magnética completamente austenítica. Todos los otros elementos sólo están limitados por los valores máximos en ISO 5832-1. El bajo contenido de azufre tiene un efecto favorable sobre la fracción de volumen de inclusiones de sulfuro. Por ejemplo, los sulfuros de manganeso (MnS), son indeseables porque disminuyen la calidad superficial. El reducido contenido de silicio es responsable de una disminución en el tipo de inclusiones de silicatos y proporciona una mejor estabilidad austenita. El bajo contenido de fósforo proporciona una mejor ductilidad, especialmente para la mayoría de los implantes quirúrgicos que son trabajados en frío para una mayor resistencia. La limitación en el contenido de cobre es un método común de atrapamiento de control de elementos que pueden estar presentes en el material que es utilizado en el proceso de fusión [10].

Elemento	ISO 5832-1 Composición D [% en peso]
C	≤ 0.030
Mn	≤ 2.0
P	≤ 0.025
S	≤ 0.010
Si	≤ 1.0
Cr	17.0 - 19.0
Ni	13.0 - 15.0
Mo	2.25 - 3.5
N	≤ 0.10
Cu	≤ 0.50
Fe	Balance

Tabla 1: Límites de composición para el acero inoxidable de la calidad de implante [10].

Esta composición es identificada como un acero inoxidable 316L por la ASTM, es un acero inoxidable austenítico (γ), que contiene una gran cantidad de Níquel. La Figura 2 muestra el diagrama de fases Fe-Cr-Ni, reportado en La American Society of Testing and Materials, la cual recomienda al acero inoxidable 316L en lugar del 316 para la fabricación de implantes.

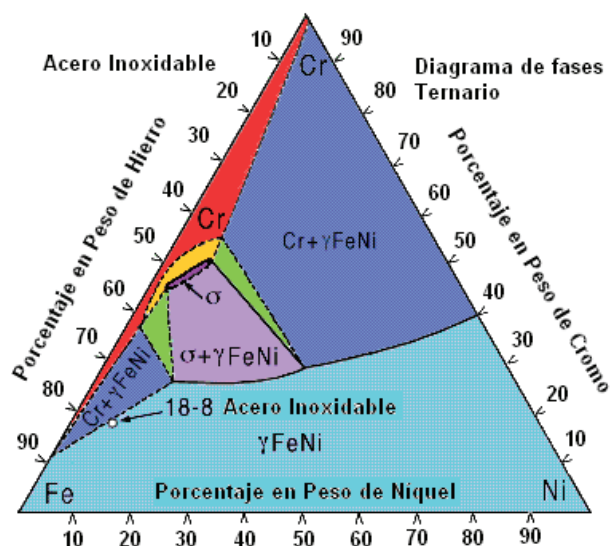


Figura 2. Diagrama de fases Fe-Cr-Ni

Se observa claramente que uno de los mayores inconvenientes de los aceros inoxidable para su aplicación como implantes es el contenido de Níquel, y autores como M. Niinomi reportan una alta probabilidad de reacciones alérgicas en personas expuestas a aleaciones que contengan dicho elemento [8]. Por otro lado, en aleaciones de acero inoxidable SUS 316L, se han reportado problemas de corrosión localizada, tales como corrosión por picadura, corrosión por grietas y corrosión bajo tensión [11].

1.2.2 Aleaciones Base Titanio.

La introducción del titanio y sus aleaciones (por ejemplo, Ti-6Al-4V) en los años 40's, extendió el campo de aplicación de los metales como materiales biocompatibles. Fueron Bothe, Beaton y Davenport los que mediante la implantación en animales, observaron su excelente biocompatibilidad [12].

Ti-6Al-4V durante mucho tiempo ha sido una de las principales aleaciones médicas de titanio. Sin embargo, para aplicaciones como implante permanente la aleación tiene un posible efecto tóxico resultante del vanadio y aluminio utilizados ya que estos no tienen las mismas propiedades que la capa pasiva del titanio. Por esta razón, se han introducido aleaciones libres de vanadio y aluminio para aplicaciones de implante, basado en los implantes de Ti-6Al-4V. Estas nuevas aleaciones incluyen Ti-6Al-7Nb (ASTM F1295), Ti-13Nb-13Zr (ASTM F1713), y Ti-12Mo-6Zr (ASTM F1813).

También se utilizan el titanio y sus aleaciones para los dispositivos de odontología, como los implantes, coronas, puentes, dentaduras, y componentes de la prótesis de implantes dentales (tornillo y el pilar). El titanio de grado químico comercial, se utiliza

preferentemente para aplicaciones de implantes dentales endoóseos. Actualmente hay cuatro grados de Ti cp y una aleación de titanio especialmente hecha para aplicaciones de implantes dentales. Estos metales se especifican según la ASTM como grados 1 a 5 del cual los grados del 1 al 4 son puros, mientras que el grado 5 con un 6% de aluminio y 4% de vanadio, es el más fuerte. De acuerdo con la norma ASTM F67 y F136, las propiedades mecánicas de barras de titanio de los grados 1 a 5 se resumen en la Tabla 2[13].

Propiedad	Grado ASTM				
	1	2	3	4	5
<i>Límite de elasticidad (MPa).</i>	170	275	380	483	795
<i>Última Resistencia a la Tensión (MPa).</i>	240	345	450	550	860
<i>Alargamiento (%).</i>	24	20	18	15	10
<i>Módulo de Elasticidad (GPa).</i>	103-107	103-107	103-107	103-107	114-120

* Adaptado de ASTM F67 (Grado 1 a 4) y F136 (Grado 5).

Tabla 2. Requerimientos mecánicos seleccionados de las propiedades de barras de titanio para Implante * [13].

En la Figura 3, se muestra el diagrama de fases para la aleación Ti-Al, la metalurgia física del Titanio muestra que este material sufre una transformación alotrópica aproximadamente a los 1158 K, pasando de una estructura cristalina hexagonal (hcp, α -Ti) de empaquetamiento compacto a una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (bcc, β -Ti), por arriba de esta temperatura. Los elementos de aleación pueden aumentar o disminuir la temperatura de dicha transformación, y también dan lugar a una amplia variedad de propiedades mecánicas para dichas aleaciones, por ejemplo:

- El aluminio tiende a estabilizar la fase α , es decir, incrementa la temperatura de transformación de α a β .

- El vanadio estabiliza la fase β disminuyendo la temperatura de transformación de fase α a β .

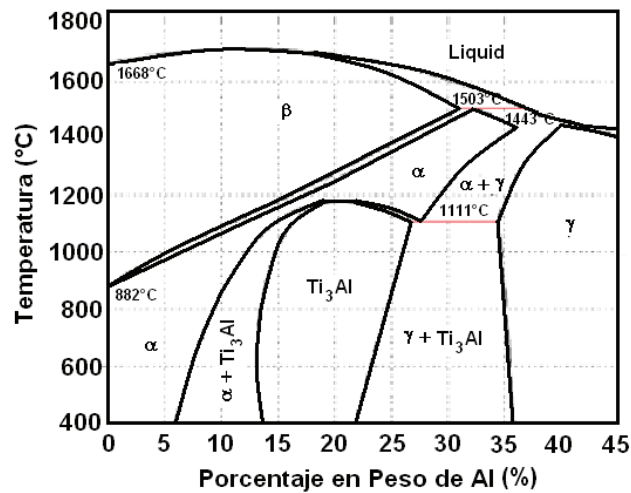


Figura 3. Diagrama de fase Titanio-Aluminio (CALPHAD).

El titanio comercialmente puro y el Ti-6Al-4V presentan baja resistencia al cizallamiento y baja resistencia al desgaste cuando se utilizan en una prótesis ortopédica. También es importante la falta de coincidencia de Módulo de Young entre el implante de titanio (103-120 GPa) y hueso (10-30 GPa), que es desfavorable para la cicatrización y reconstrucción del hueso. Algunas investigaciones se han hecho para resolver estos problemas y se han desarrollado muchas nuevas aleaciones de titanio para aplicaciones biomédicas. Sin embargo, existe una contradicción entre el módulo de elasticidad y otras propiedades mecánicas. Cuando el módulo elástico se reduce, la resistencia de la aleación de titanio también se reduce. Por el contrario, cuando la resistencia se mejora, el módulo elástico también aumenta. Varios estudios han comparado Ti cp a los implantes de Ti-6Al-4V insertados en huesos de conejo. Se ha demostrado que cuando es enroscado, el implante de

Ti cp tiene mayor valor de torque de remoción que los tornillos de Ti-6Al-4V y hay mayor contacto con el hueso [13].

1.2.3 Aleaciones Base Cobalto.

Aleaciones de Base-cobalto con adiciones significativas de elementos refractarios metálicos, así como pequeñas cantidades de níquel, carbono, y otra constituyentes menores fueron desarrolladas a principios del siglo 20, con las patentes para las composiciones emitidas en 1907 [14]. (Además el principal elemento refractario en estas primeras aleaciones fue el tungsteno.) Los componentes de fundición hechos a partir de estas aleaciones muestran excelente resistencia a la corrosión así como una buena resistencia al desgaste y a la tensión, lo que llevó en 1930 a preferir utilizarla por sobre el acero inoxidable para hacer armazones de dentaduras parciales removibles en odontología como alternativas de bajo costo para piezas de aleaciones base-Oro [15]. Esto representa uno de los primeros usos de una aleación de cobalto-cromo como un biomaterial. La excelente resistencia a la corrosión que se muestra en estas aplicaciones dentales llevó a la investigación en estudios con animales de la utilización de tornillos de Co-Cr-W en ortopedia para aplicaciones de fijación en fracturas [16]. Siguiendo la modificación de los niveles de carbono y cromo de la composición de la aleación dental original, se fabricaron tornillos y placas de cobalto-cromo. La resistencia a la corrosión superior y capacidad para tomar las formas deseadas por fundición de metales resultado en aleaciones de cobalto-cromo desplazo al acero inoxidable 316 como el metal preferido para hacer este tipo de dispositivos en ese momento. un acceso más fácil al molibdeno (en comparación con tungsteno) en América del Norte dio como resultado la sustitución de molibdeno por

tungsteno en la década de 1930[17]. Las aleaciones base-Co fueron utilizadas para producir implantes quirúrgicos alrededor de los años 60's. Éstas pueden obtenerse por colada o forja, la mayoría de las aleaciones para implantes Co-Cr-Mo contienen Cr (26-30% en peso), Mo (5-7% en peso), y determinado porcentaje de níquel (1% en peso máximo para disminuir en lo posible los riesgos de alergia), otros elementos que pueden estar contenidos como trazas son Mn, Fe, Si, N y C (en bajo contenido ~0.05% en peso o alto contenido ~0.25% en peso) [18]. A continuación se listan las aleaciones base-cobalto más utilizadas con su composición química en la Tabla 3 [19].

Designación ASTM	Composición, % en peso										
	Cr	Mo	Ni	Fe	C	Si	Mn	W	P	S	Otros
F75	27.0-30.0	5.0-7.0	1.00	0.75	0.35 max	1.00	1.00	0.20	0.020	0.010	0.25 N, 0.30 Al, 0.01 B
F1537 (Aleación 1)	26.0-30.0	5.0-7.0	1.00	0.75	0.14 max	1.00	1.00
F1537 (Aleación 2)	26.0-30.0	5.0-7.0	1.00	0.75	0.15-0.35	1.00	1.00
F1537 (Aleación 3)	26.0-30.0	5.0-7.0	1.00	0.75	0.15-0.35	1.00	1.00	Traza Al y La
F799	26.0-30.0	5.0-7.0	1.00	0.75	0.35 max	1.00	1.00	0.25 N; Traza La, Al
F1377	27.0-30.0	5.0-7.0	1.00	0.75	0.35 max	1.00	1.00
F562, F688, F961	19.0-21.0	9.0-10.5	33.0-37.0	1.00	0.025	0.15	0.15	...	0.015	0.010	1.0 Ti
F90, F1091	19.0-21.0	...	9.0-11.0	3.00	0.05-0.15	0.40	1.0-2.0	14.0-16.0	0.040	0.030	...
F1058 grado 1	19.0-21.0	6.0-8.0	14.0-16.0	bal(b)	0.15	1.20	1.5-2.5	...	0.015	0.015	0.10 Be, 39.0-41.0 Co
F1058 grado 2	18.5-21.5	6.5-7.5	15.0-18.0	bal(b)	0.15	1.20	1.0-2.0	...	0.015	0.015	0.001 Be, 39.0-42.0 Co

Tabla 3. Composición química de las aleaciones base-Cobalto más utilizadas [19].

La fabricación de componentes de implante por colada Co-Cr-Mo representa un método con potencialmente menor costo de fabricación de formas complejas y componentes en comparación con la forja de barras seguido de estampados posteriores y / o de mecanizados para lograr la forma final del implante. Las piezas coladas generalmente tienen propiedades mecánicas inferiores (límite de elasticidad, ductilidad, resistencia a la fractura) en comparación con los productos forjados. Esto es debido a su microestructura

gruesa, posible presencia de grandes fases secundarias frágiles (carburos principalmente) que promueven la iniciación de grietas y propagación, y la ausencia de cualquier endurecimiento por trabajado mecánico. Sin embargo, teniendo un adecuado control durante el proceso de fundición y colada, y eligiendo el método de fundición correcto, se evita la presencia de fases secundarias y se garantiza una microestructura libre de segregación. La colada por inversión (también conocido como proceso de cera perdida) se utiliza para hacer implantes por fundición Co-Cr-Mo. Se hacen moldes patrón de cera para formas deseadas, algunas de las cuales están unidas a un vástago, formando una unidad referida como una pieza de fundición árbol (Fig. 4). Este árbol está recubierto con cerámico que se seca y se cuece para formar un molde de revestimiento rígido. Durante la cocción para endurecer la mezcla de cerámica, la cera se derrite y sale, dejando así un molde de máscara cerámica para la colada.

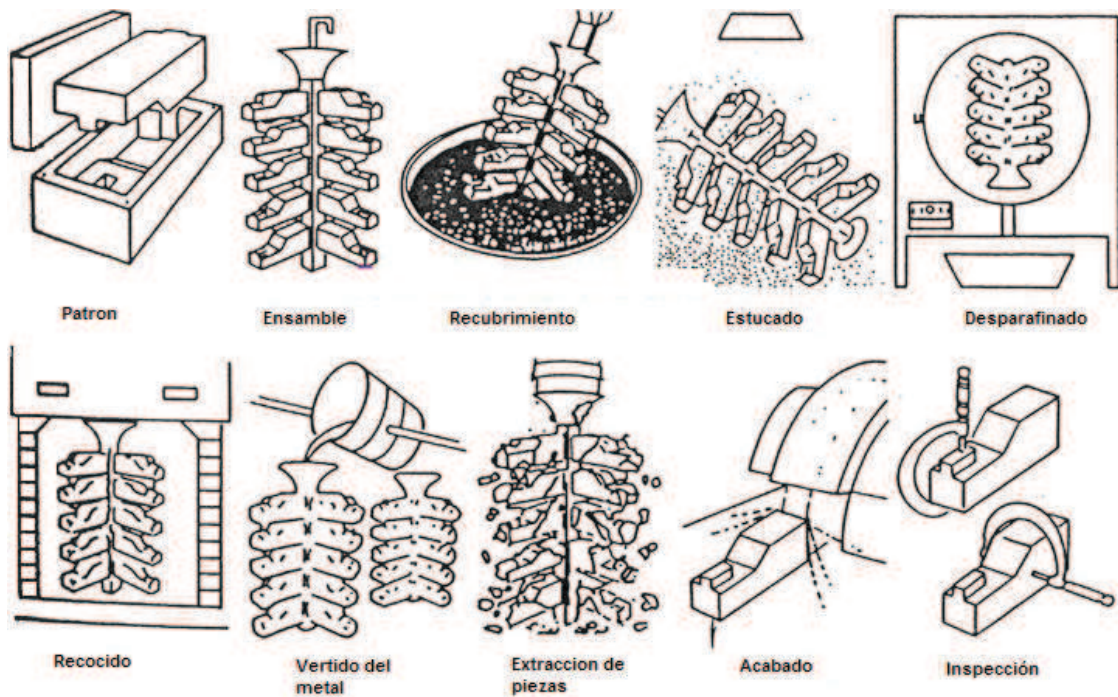


Figura 4. Proceso de colada por fusión a la cera perdida (árbol de colada).

El forjado en caliente de barras, varilla o alambre (F1537) a base de Aleación Co-Cr-Mo de Bajo-carbono o alto-carbono se utiliza para obtener componentes de alta resistencia para implantes. El proceso de formado por forja de la aleación comienza con la forja en caliente de lingotes Co-Cr-Mo. Una de las dificultades con la forja en frío o caliente de aleaciones de alto contenido de carbono Co-Cr-Mo es la potencial formación de grietas durante la operación de forja. Esto condujo a la introducción de aleaciones con bajo contenido de carbono. Polvos de aleación de alto contenido de carbono-cobalto formado por atomización y luego consolidado a densidad completa también se utilizan para formar productos forjados.

La forja de aleaciones Co-Cr-Mo de alto contenido de carbono es posible, aunque el procedimiento para hacerlo es difícil y costoso, que requiere un estricto control de forja y pasos de recalentado. Sin embargo, con el procesamiento apropiado, se puede obtener un grano fino y una estructura endurecida-deformada, con la ventaja añadida de que operación de trabajo mecánico dará lugar a la ruptura de mayor cantidad de carburos que se puedan haber formado durante la solidificación, lo que resulta en una distribución de carburos más finos.

Las propiedades resultantes de tales tratamientos y otros se incluyen en la Tabla 3, con la comparación por forjado y de aleaciones cobalto-cromo obtenidas por polvos, así como otros biomateriales metálicos. Además de afectar la resistencia y ductilidad, los tratamientos de envejecimiento pueden afectar significativamente la resistencia al desgaste, debido a que una mayor dureza corresponde normalmente a una mejor resistencia al desgaste. Un estudio [20] registró las mayores propiedades de dureza para aleaciones CoCrMo con recocido de disolución ocurrido después de un envejecimiento entre 760 °C y 815 °C (1400 °F y 1500 °F) durante aproximadamente 5 horas. Esto pudo haber sido el resultado de los carburos que se formaron durante el tratamiento de envejecimiento, porque éstas presentarían dureza, incrustados como partículas de fases secundarias que inhiben el rendimiento de la fase de la matriz rica en cobalto en adición a las partículas actuando como segunda fase que son resistentes al desgaste en sí. Grandes carburos también pueden actuar como fases refuerzo durante la deformación de aleaciones CoCrMo de colada, dando como resultado altas tasas de endurecimiento por trabajado mecánico (deformaciones de hasta ~ 0,01 a 0,02%, por encima del cual se produce la fractura del carburo, negando así el efecto de refuerzo) [21]. La mayor tasa de

endurecimiento por trabajado mecánico de deformación también puede beneficiar la resistencia al desgaste debido a la mayor resistencia a la deformación plástica resultante de la matriz a base de cobalto.

Como se ha descrito, las aleaciones obtenidas por colada presentan propiedades mecánicas diferentes a las aleaciones forjadas y resultan ser más controlables que las propiedades de la forja. Las aleaciones más comunes se listan y se muestra en la tabla 4 según la revisión hecha por Robert Pilliar and Scott D. Ramsay [17] que las propiedades mecánicas cambian según la condición que se les haya dado.

Designación	Condition	Modulo de Young		Resistencia a la Cedencia		Resistencia a la Tension	
		GPa	10 ⁶ psi	MPa	ksi	MPa	ksi
ASTM F75	Colada/recocido	210	30	448-517	65-75	655-889	95-129
	Prensado isostatico en caliente de polvos	253	37	841	122	1277	185
ASTM F1537, alloy 1	Recocido trabajado en caliente	210	30	585/760/930	85/110/135	1035/1100/1310	150/160/190
ASTM F1537, alloy 2	Recocido trabajado en caliente	210	30	848/930	123/135	1399/1365	203/198
ASTM F1537, alloy 3	Sinterizado-Recocido, sin poros	210	30	840	122	1280	186
	Sinterizado-Recocido, con poros
ASTM F799 (alloy 1, 2, 3)	Con Terminado partes semiacabadas forjadas	210	30	896-1200	130-174	1399-1586	203-230
ASTM 1377	Metales de polvos
ASTM F562, F688, F961	Forjado en caliente	232	34	965-1000	140-145	1206	175
	Trabajado en frio, envejecido	232	34	1500	218	1795	260
ASTM F90, F1091	Recocido	210	30	448-648	65-94	951-1220	138-177
	44% trabajado en frio	210	30	1606	233	1896	275
F1058	Tira, 10% de reduccion en frio	190	28	690	100	970	141
	Tira, 85% de reduccion en frio + 5h a 482 °C (900 °F)	190	28	2120	307	2280	331

Tabla 4. Propiedades Mecánicas de las aleaciones Cobalto-Cromo comúnmente usadas [17].

1.3 Diagrama de Fases de la Aleación Co-Cr.

Del diagrama de fases nosotros podemos predecir como el material solidificará bajo las condiciones de equilibrio o de no equilibrio.

Las fases de equilibrio en el Sistema Co-Cr son: (1)Líquido, L; (2) la solución sólida fcc, (α Co); (3) la solución sólida hcp, (ϵ Co); (4) la solución sólida bcc, (Cr); y (5) la fase intermetálica σ . El diagrama de fases Co-Cr evaluado (Fig.5)

está basado en la información experimental y los cálculos termodinámicos de C. Allibert con colaboradores [22] y M. Hasebe con colaboradores [23]. Los puntos especiales del diagrama de fases evaluado están listados en la tabla 5.El diagrama de fases es algo diferente del que estudio Hasen, especialmente con respecto a la fase sólida de equilibrio arriba de 1200 °C .Es necesario mencionar que de acuerdo a la revisión hecha por K. Ishida and T. Nishizawa[24] la fase intermedia δ propuesta por [25] no fue encontrada en los patrones de difracción de rayos X de alta temperatura examinados de [22].

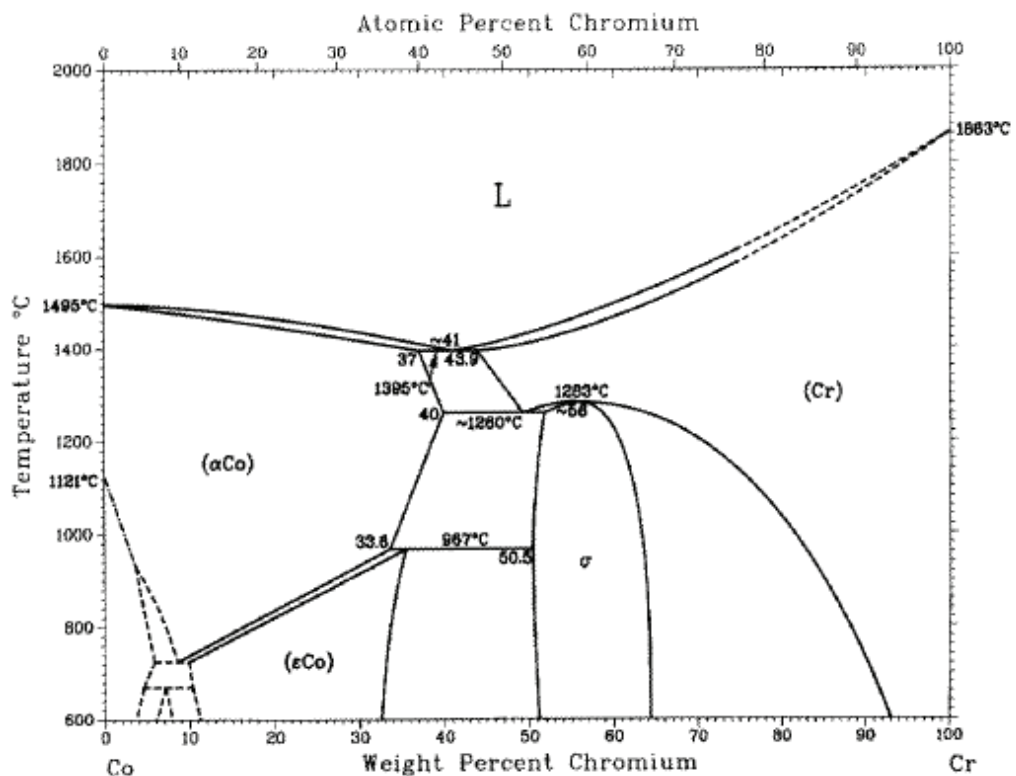


Fig.5 Diagrama de fases del Sistema Co-Cr [24].

Reaccion	Composicion de las fases respectivas en % en peso de Cr.			Temperatura, °C	Tipo de Reaccion
L ↔ αCo	0			1495	Punto de Fusion
αCo ↔ εCo	0			422	Alotropica
L ↔ (αCo) + (Cr)	~ 46	~ 38	~ 73	~ 1414	Eutectica
	~ 45	~ 41.5	~ 52	1395	Eutectica
	~ 45.5	~ 42.5	~ 47.5	1400	Eutectica
	46.5	~ 40	~ 52	1395	Eutectica
	43.8	39.9	46.8	1395	Eutectica
	~ 44	40	47	1395	Eutectica
(Cr) ↔ (αCo) + σ	~ 1270	Eutectoide
	~ 54	~ 41	~ 60	1275	Eutectoide
	~ 52	~ 43	~ 53	1268	Eutectoide
	52.4	43.3	55.3	1259	Eutectoide
	52.5	43	55	1260	Eutectoide
(αCo) + σ ↔ ε	~ 41	~ 60	~ 41	918	Peritectoide
	~ 38	~ 56	~ 41.5	960	Peritectoide
	~ 38	990	Peritectoide
	~ 38	~ 56	~ 39	967	Peritectoide
	36.3	53.6	38.1	965	Peritectoide
	36.5	53.6	38.3	967	Peritectoide
(Cr) ↔ σ	~ 60.5			~ 1293	Congruente
	~ 63			1306	Congruente
	~ 59			1283	Congruente
	~ 59			1283	Congruente
L ↔ (Cr)	100			1863	Punto de Fusion

Tabla 5. Puntos especiales del diagrama de fases Co-Cr [24].

Tanto el Cobalto como el cromo, en estado puro, tienen elevados puntos de fusión siendo el último el de mayor punto de fusión con 1863 °C[26] después el cobalto con 1495 °C[27]. También se ha medido la zona de equilibrio líquido/sólido por el método de separación electromagnética, los valores de composición y temperatura se muestran en la tabla 6[22]. La línea de liquidus y solidus para el lado rico en cromo del sistema no ha sido establecida, debido a la dificultad de preparar especímenes de alta pureza y obtener medidas a altas temperaturas. La temperatura y la composición del punto eutéctico es 1395 °C y 44% atómico de cromo, respectivamente.

Los límites entre las fases sólidas αCo/σ, εCo/σ, y σ/Cr, determinadas por microanálisis por haz de electrones, generalmente concuerdan de un artículo a otro, mientras que la

región bifásica $\alpha\text{Co} + \text{Cr}$ determinada por [23] es reducida comparada con la determinada por [22]. El límite de fase $\alpha\text{Co}/\varepsilon\text{Co}$ medido por [23] es consistente con los resultados metalográficos de [25]. Los límites de fase cercanos a la reacción congruente entre σ y Cr están bien establecidos por análisis térmico, y la temperatura congruente es 1283 ± 2 °C de acuerdo a [22].

Temperatura, °C	Composition, at.% Cr	
	Liquidus	Solidus
1400	42.7	41.3
1425	50.5	54.9
1455	55.3	62.1
1485	60.3	67
1505	61.8	69.3

Tabla 6. CoCr Liquidus y Solidus, datos por el método de separación electromagnética [22].

1.3.1 Estructura de Colada

Las aleaciones base cobalto no son fácilmente mecanizables, ya que el material sufre un gran endurecimiento cuando trabaja sobre él la máquina herramienta, de tal modo que mecanizaciones posteriores pueden ser complicadas. La obtención de las prótesis se realiza por colada debido a la dificultad mencionada anteriormente y a que la geometría de las mismas es complicada. Además, las aleaciones base cobalto son fáciles de trabajar por colada ya que presentan propiedades como: buena fluidez, bajos puntos de fusión y facilidad de liberar los gases disueltos. Si la liberación de estos gases disueltos no fuera

correcta se podría producir la aparición de poros como se puede observar en la figura 6 tomada del trabajo realizado por M. Gómez y colaboradores [28].

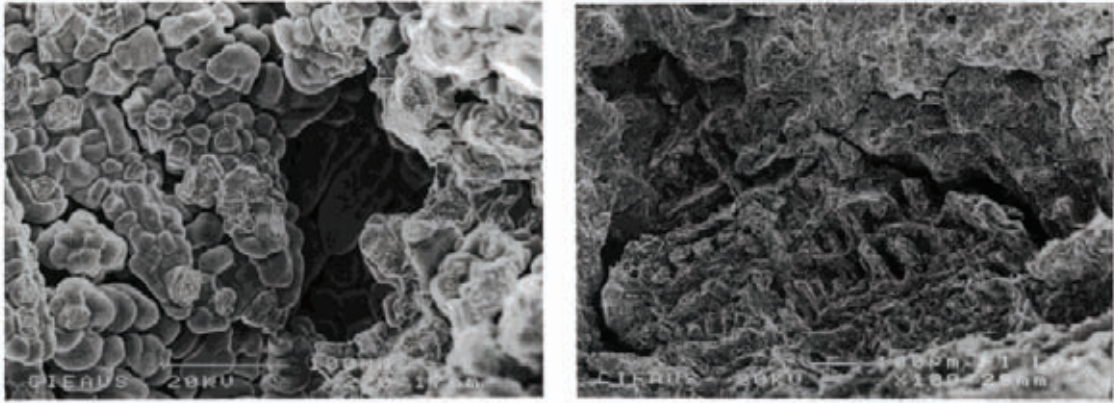


Figura 6. Microporosidad en una aleación de colada ASTM F-75 con diferentes condiciones de colada [28].

La colada requiere realizar un molde de un material que resista las temperaturas del metal a colar en estado líquido, cuya forma sea el negativo espacial de la pieza que se desea obtener. La fundición del material se realiza por inducción en vacío. El sistema de vacío se utiliza para eliminar gases y otras impurezas que causan daños en el material por medio de un proceso de vaporización. El desarrollo de esta técnica ha supuesto la eliminación de los problemas de oxidación que aparecían durante la fundición, permitiendo el uso de aleaciones más complejas. El vacío previene la absorción de gases presentes en la atmósfera. Una vez el material fundido, la colada se realiza por gravedad obteniéndose en cada una de ellas un árbol de determinadas piezas (entorno a veinte piezas). El tiempo necesario para el enfriamiento del molde depende del material fundido. Si se deja enfriar durante demasiado tiempo, se dificulta la extracción de las muestras. Pero si se sumerge en agua demasiado pronto, se pueden producir grietas o fragilidad en las piezas fundidas. Para que el metal fundido cristalice adecuadamente y las piezas fundidas sean menos

quebradizas y más fáciles de trabajar, el molde después de la fundición, debe dejarse enfriar al aire. Si el cilindro se introduce en agua, el cambio brusco de temperatura provoca una reacción violenta en el revestimiento, que lo vuelve suave y granular, provocando que las piezas puedan separarse más fácilmente.

En general, las microestructuras posibles según el tipo de enfriamiento pueden ser dendrítica, equiaxiada o una combinación de las dos microestructuras, principalmente. A continuación se muestran dos imágenes del trabajo de L.Z. Zhuang et al.[29] en el que se estudió el efecto del enfriamiento en una aleación Co-Cr-Mo sobre su microestructura, se observa en la figura 7 a) una estructura dendrítica con un espaciado interdendrítico de mayor espesor con respecto al de los granos equiaxiados en la figura 7 b).

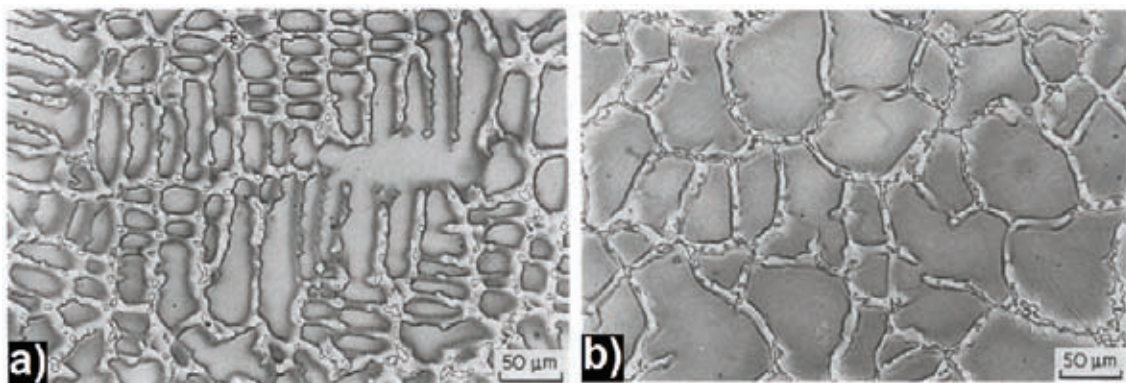


Figura 7. Microestructura dendrítica a) y de grano equiaxiado b) de la aleación de colada Co-Cr-Mo, microestructuras tomadas de [29].

1.3.1.a) Defectos de colada.

Con el fin de obtener un mejor acabado se realizan algunas operaciones como corte de bebederos, limado de rebabas, esmerilado y pulido para destacar el color en aquellas zonas en que se desea un acabado brillante. Tras la colada, el material presenta una serie de defectos que afectarán en gran medida a sus propiedades; estos defectos son:

- Porosidad: es el defecto de fundición por el cual se observa la existencia de poros de diversos gases, según la causa de la misma, diseminados en ciertas zonas de la masa de la pieza. Se puede presentar en forma de microporosidad o en forma de macroporosidad. Las causas que provocan este defecto pueden ser diversas:(a) liberación de los gases al pasar de sólido a líquido: la solubilidad de los gases aumenta con la temperatura y experimenta una gran variación de solubilidad en el paso desde el estado líquido a sólido. Si en el proceso de solidificación los gases disueltos que se liberan no encuentran el camino de salida al exterior, quedan ocluidos en la masa sólida conformando la porosidad. (b) liberación de gases por los productos de la reacción de los componentes en la masa líquida o con las paredes del molde: en ocasiones la porosidad se debe a los gases producto de reacciones que tienen lugar en el interior de la masa fundida, bien entre sus componentes o bien entre estos y las paredes de los moldes. Estos poros son más esféricos y distribuidos por toda la masa. (c) contracción de la masa fundida en el proceso de solidificación: los cambios de volumen durante la solidificación se realizan en tres etapas; la primera es contracción en líquido y se puede compensar colando el material adicional en los bebederos del molde conforme se pierde el sobrecalentamiento. La segunda es contracción de solidificación, etapa en la cual se forman los rechupes o grandes poros debido a la imposibilidad de suministro de líquido por el aislamiento sólido. Y la tercera es la contracción en estado sólido, que tiene lugar después de la solidificación y es la causa principal del cambio dimensional a un tamaño menor. En algunos casos esta contracción puede actuar favorablemente.

- Grietas de fundición: son producidas por el desgarrado en caliente debido a los cambios de volumen en el enfriamiento en la fase sólida. La probabilidad de desgarrado en caliente aumenta cuando la contracción en fase sólida de la pieza fundida queda impedida por la rigidez del molde y cuando el alargamiento máximo del material en cada uno de los puntos de la pieza es inferior al exigido por la contracción impedida de la misma. El material, tras la etapa de colada, presenta una estructura de solidificación dendrítica y precipitados interdendríticos formados por un eutéctico. [30] En general la teoría de aleaciones como la usada en el desarrollo de aleaciones o diseño [31-33] relaciona las propiedades de la aleación a su química y su microestructura. Una propiedad requerida es obtenida por selección de una “adecuada” composición química y proceso de fabricación (e.g. fundición, colada, formado, y tratamiento térmico) para obtener la microestructura deseada. Para materiales biomédicos, tal como materiales de implante dental y articulaciones, la resistencia a la corrosión y las propiedades mecánicas son de principal importancia para su desempeño clínico óptimo, [34,35]. Como nosotros vemos de la metalografía óptica, la aleación dental SC-H ha presentado carburos continuos en los límites de grano (Ver fig. 8a). Este tipo de microestructura está lejos de la carga dinámica compleja dada y del entorno de trabajo típico para aleaciones dentales [36].

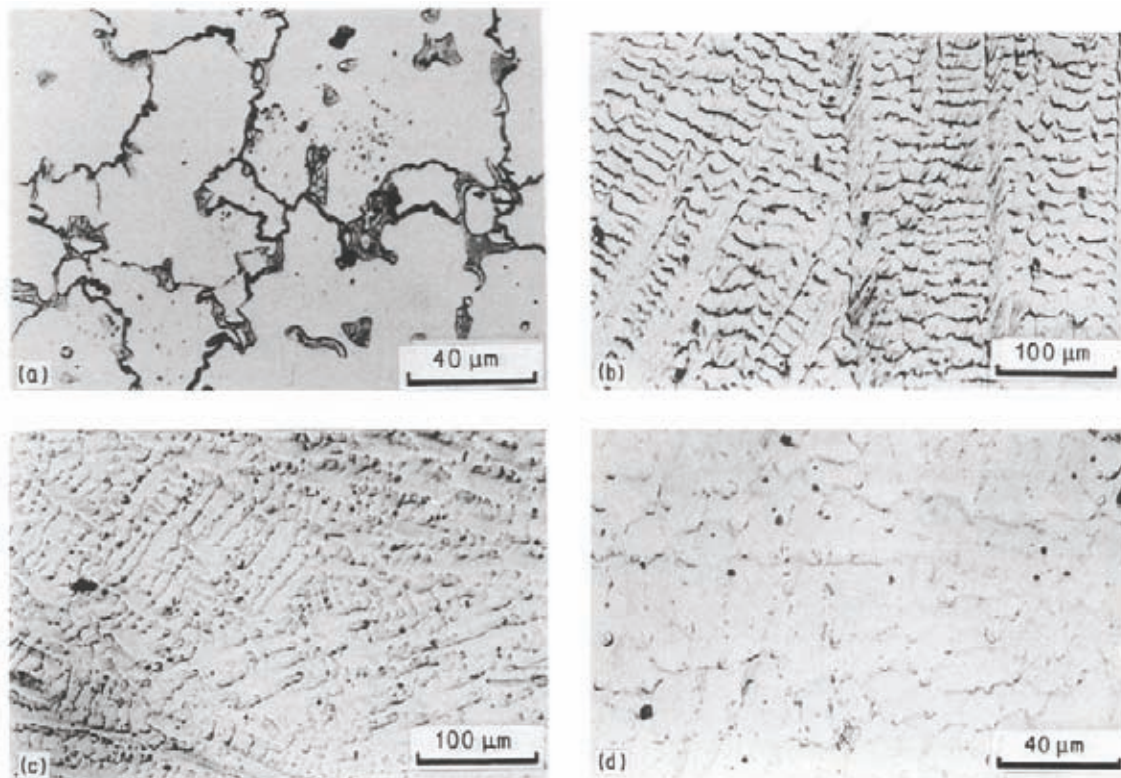


Figura 8. Micrografías ópticas de las tres aleaciones Co-Cr. (a) Aleación SC H de colada con carburos a lo largo de los límites de grano y región inter dendrítica. (b) Aleación de colada [con estructura dendrítica fcc-Co. (c) aleación de colada II con una estructura dendrítica similar a fcc-Co. (d) aleación de colada II: micrografía de alta magnificación mostrando partículas de carburos esféricas que se formaron en la estructura dendrítica. [37].

Los carburos en los límites de grano pueden causar concentración de esfuerzos a lo largo de las regiones de límites de grano [38] Bajo las condiciones de desempeño de las aplicaciones dentales actuales (las cuales son similares a las encontradas en aleaciones para implante de articulación), estas concentraciones de esfuerzos pueden inducir esfuerzos por corrosión y agrietamiento a lo largo de los límites de grano debido a la heterogeneidad química entre los carburos de límite de grano y los granos fcc-Co[39]

El control del proceso de fundición y de colada reduce enormemente los defectos mencionados anteriormente, sin embargo, permanecen en menor cantidad y esto sigue dando al material propiedades mecánicas deficientes que hacen necesaria la aplicación de tratamientos térmicos los cuales explicamos más adelante.

1.4 Tratamientos Térmicos de la Aleación Co-Cr.

Los tratamientos térmicos pueden llevarse a cabo para los siguientes propósitos:

- * Mejora de la ductilidad.
- * Relevado de esfuerzos internos.
- * Incremento de la dureza o resistencia a la tensión y lograr cambios en la composición química de la superficie de un metal como en el cementado.

Otros beneficios de los efectos del tratamiento térmico incluyen mejora en la maquinabilidad, alteración en las propiedades magnéticas, modificación de la conductividad eléctrica, mejora en la tenacidad y desarrollo de estructura recristalizada en metales trabajados en frío [40].

Para el caso de la aleación Co-Cr usada ampliamente en prótesis dentales y quirúrgicas desde hace 60 años, rara vez las críticas han sido por falla en la resistencia a la corrosión, pero si más a menudo por falta de ductilidad y agrietamiento por fatiga. Estadísticas disponibles indican que el porcentaje de tales fallas, aunque pequeñas, no deben ser consideradas como insignificantes [41,42]. Una serie de cambios en la composición y la

tecnología de colada han sido utilizados o recomendados para mejorar la resistencia y ductilidad de esta aleación durante los últimos 50 años, los estudios de Carter y Kidd han mostrado que el incremento en la velocidad de solidificación de la aleación de colada Co-Cr mediante la reducción de temperatura del molde y del vertido, no solo puede mejorar la resistencia sino también la ductilidad de las prótesis de colada. Semlitch reportó mejoras obtenidas por fundir y colar en vacío [43]. Los experimentos de Grant, Asgar, et al., y Radamacher han mostrado que se pueden alcanzar mejoras medibles en la resistencia y la ductilidad por desviación en la composición química de los límites listados en la norma ASTM (F-75-67) para la aleación de colada Co-Cr para prótesis [44-46]. A continuación se muestra en la tabla 7, tomada del trabajo de J. Cohen et al. [47], con dos aleaciones que aunque reciben el mismo tratamiento térmico, la variación en la composición permite que se obtengan diferentes valores de elongación y resistencia.

Fundición de Origen Industrial	Temperatura de Colada	Tratamiento Térmico	Ultima (Mpa) Resistencia a la Tensión	Resistencia a la (Mpa) cedencia	% Elong.
A	~1510°C (aire)	Ninguno	117	72	7.6
		4 hr a 815°C	155	73	22
		4 hr a 1225°C			
B	~1480°C (aire)	Templado en agua fría	121	78	8.5
		Ninguno	164	82	23
		4 hr a 815°C			
		4 hr a 1225°C			
		Templado en agua fría			
ASTM Spec. F-75-67		Colada	95	65	8

Tabla 7. Propiedades de tensión de muestras de colada y tratamiento térmico de la aleación Co-Cr obtenida por fundición industrial A y B. Todas las composiciones especificadas de ASTM F-75-76 [47].

A partir de los 80's se comenzó a considerar a los tratamientos térmicos como procesos de mejora de las propiedades mecánicas tales como la resistencia y la ductilidad recomendando temperaturas desde 815°C hasta 1225°C y temple con la finalidad de aprovechar la formación de bandas y fallas de apilamiento entre otros al ser estos mecanismos de incremento de resistencia [47]. A continuación, se muestra en la tabla 8 la revisión de propiedades mecánicas alcanzadas por la aplicación de diferentes tratamientos térmicos a una aleación Co-Cr-Mo, realizada por Dobbs H S y Robertson J L M [2], observando los valores podemos explorar tratamientos térmicos que den mejores propiedades de ductilidad y resistencia.

Condición	Esfuerzo de Cedencia (MPa)	Ultima Resistencia a la Tensión (MPa)	Elongación (%)
A/C	461	741	6.25
A/C + 1 h a 1230° C WQ	468	813	11.5
A/C + 1 h a 1230° C WQ + 20 h a 650° C	477	852	11.75
A/C + HIP + 1 h a 1230° C WQ + 20 h a 650° C	496	926	16.0
A/C	544	699	8
A/C	547	650	5
A/C + HIP + 2 h a 1230° C	484	761	17
A/C	553	789	7.6
A/C + 72 h a 1230° C WQ	387	616	10.2
A/C + 72 h a 700° C	540	664	3.0
A/C	477	851	11
A/C + 4 h a 815° C + 4 h a 1225° C WQ	498	1149	25
A/C	450	665	8

A/C = Colada WQ = Temple en Agua HIP = Prensado isostático en caliente

Tabla 8. Propiedades mecánicas alcanzadas con la aplicación de diferentes tratamientos térmicos a una Aleación Co-Cr-Mo [3].

Revisando la literatura encontramos el trabajo de W.H. Jiang et al. [48] en el que desarrollaron tratamientos térmicos para una aleación Co-Cr (DZ40M) con solidificación direccional, como es el caso en nuestras muestras, por lo que es interesante mostrar a continuación la tabla 9, donde se presentan las propiedades mecánicas obtenidas con tres tratamientos térmicos. Es contrastante con los valores de elongación de la tabla anterior, sobre todo cuando se espera que la mejor elongación la tenga la probeta tratada a 750 °C, por lo que el tiempo de envejecido es el factor principal de cambio, incrementando los precipitados y la resistencia, pero reduce la ductilidad. Es por esto que podemos comenzar a plantear que desarrollaremos tratamientos térmicos en intervalos de temperatura de 750 °C-1050°C, pero con tiempos cortos. En la figura 9 se presentan tres graficas tomadas del trabajo de C. Montero-Ocampo et al. [49], que presentan aleaciones Co-Cr con porcentajes de carbono diferente y tratado a partir de 815 ° C.

Condición	Ultima Resistencia a la Tensión (MPa)	2.0% Resistencia a la Cedencia (MPa)	Elongación (%)
Colada	672	422	19.0
Envejecido a 750 °C/24 h	848	730	5.2
Envejecido a 850 °C/24 h	801	685	4.0
Envejecido a 950 °C/12 h	1039	649	9.0

Todas las muestras tratadas recibieron un tratamiento de solución a 1280°C/ 4 h y se enfriaron al aire.

Tabla 9. Propiedades mecánicas de tres tratamientos térmicos aplicados a la aleación Co-Cr (DZ40M) a diferentes temperaturas [48].

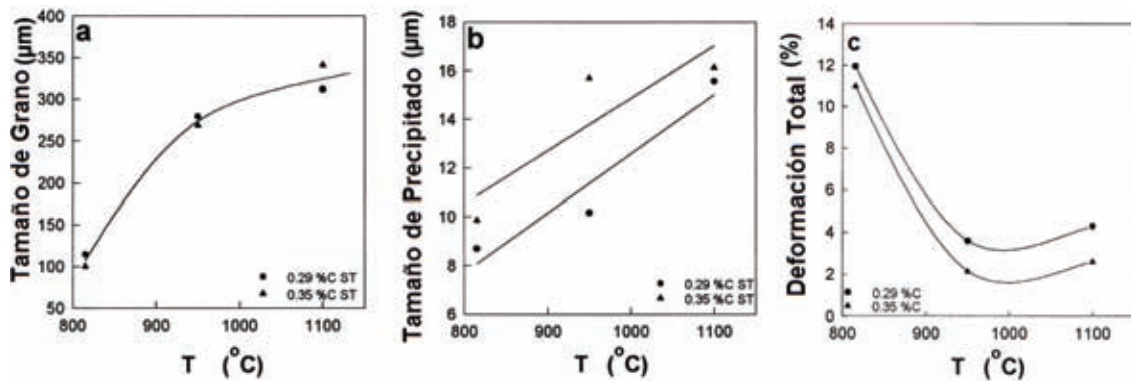


Figura 9. Tamaño de grano a), tamaño de precipitado b) y deformación total c) [49].

Se observa claramente que a tiempos cortos y temperaturas cercanas a 750°C el tamaño de grano y del precipitado no crecen como en tiempos de tratamiento largos y la ductilidad tiende a aumentar a temperaturas cercanas a la de transición de la fase α -Co a ϵ -Co.

1.5 Tratamiento Térmico de Solubilidad de Fase ϵ -Co.

Los estudios hechos para la transformación martensítica en la aleación Co-Cr han mostrado que el tratamiento térmico de templeo retrasa dicha transformación tal como lo encontraron A. de J. Saldívar García et al. [50], en su revisión mencionan que Rajan [51,52] mostró que el envejecido isotérmico de una aleación Co-26.7Cr-5.5Mo-0.15C tratada por solución sólida y templada, promueve la transformación de la fase fcc – a la fase hcp por este proceso complejo de dos etapas. En el trabajo de A. de J. Saldívar García et al. [50] también fueron investigados dos ciclos térmicos; uno involucra un temple intermedio en agua desde 1150 °C hasta 25 °C previo al envejecido y el otro consistió de un enfriamiento simple desde 1150 °C hasta la temperatura de envejecido

como se muestra en Fig. (10). Esto mostró que tanto la microestructura como el endurecimiento del material son determinados por la manera en que se da la transformación de la fase fcc a la fase hcp, y que el temple en agua de la muestra tiene efectos sobre la cinética de transición de estas fases.

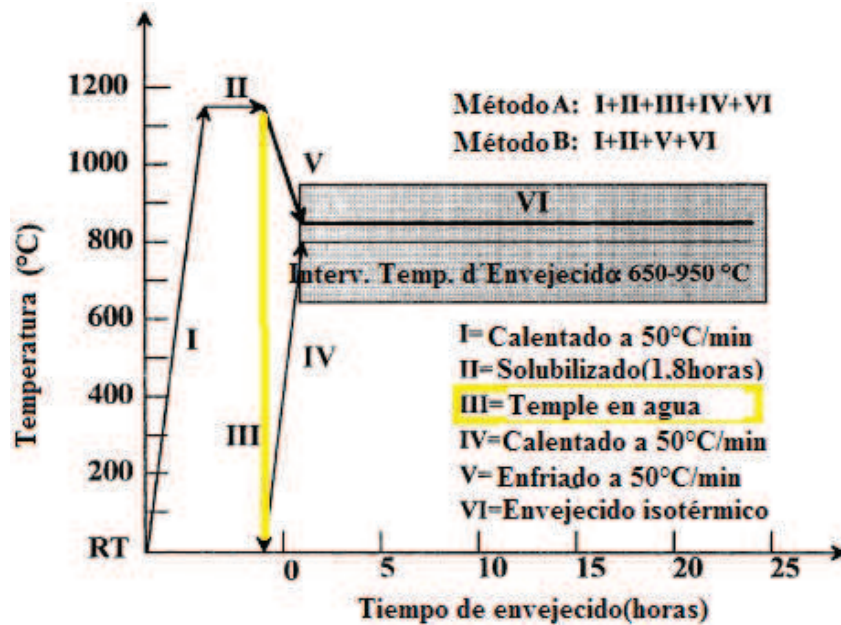


Figura 10. Representación esquemática de los ciclos térmicos empleados en el trabajo de A. de J. Saldívar García et al. [50] para la aleación Co-27Cr-5Mo-0.05C, la línea amarilla en la figura representa el proceso de temple en agua.

En un experimento llevado a cabo por Katsunari Oikawa et al. [53] mediante un proceso difusivo, se observa claramente la transición de fase ϵ Co a α Co definiéndose muy bien las diferentes composiciones y se observa la morfología de la superficie cuando se tiene únicamente fase fcc α -Co, figura 11.

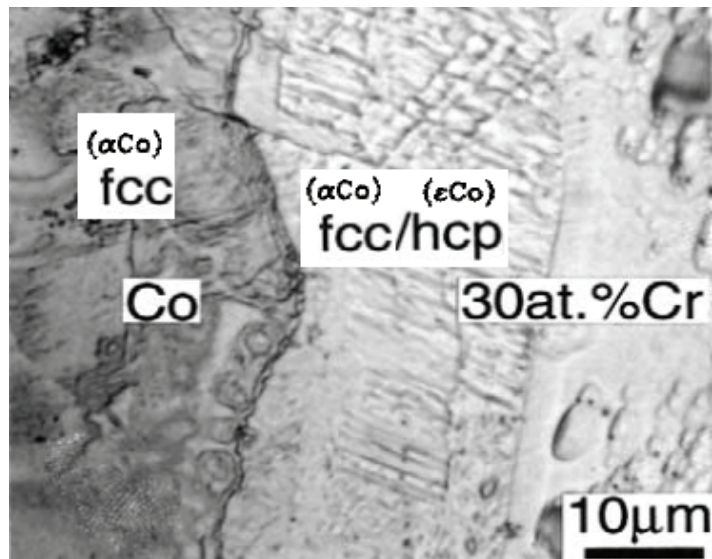


Figura 11. Fusión de cápsula de Cobalto con cápsula de aleación Co-30% atómico Cr [53].

1.6 Tratamiento Térmico de Transformación de Fase α -Co a ϵ -Co A.

La transformación alotrópica de la fase fcc – hcp en Co y aleaciones Co-Base tiene lugar por un mecanismo martensítico no difusivo. En Co puro, la transformación tiene lugar a 427 °C, mientras, en una aleación forjada Co-27Cr-5Mo-0.05C, la temperatura de transformación de equilibrio incrementa para valores cercanos a 970°C [8]. La transformación en enfriamiento desde el campo de estabilidad de fase fcc es, sin embargo, muy lenta, debido a la limitada fuerza química conductora que está disponible a las temperaturas de transformación. En general, bajo condiciones de enfriamiento normal, la fase fcc es retenida a temperatura ambiente en forma metaestable [4].

La transformación de fase fcc α -Co a hcp ϵ -Co involucra la formación de dos fases hcp ϵ -Co martensíticas microestructuralmente diferentes; es la fase hcp ϵ -Co martensita atérmica y fase hcp ϵ -Co martensita isotérmica. La martensita atérmica se forma después de un

tratamiento de solución sólida con el posterior temple, se lleva a cabo en un corto periodo de tiempo y se enfría rápidamente desde una temperatura de 1200°C hasta temperatura ambiente mediante un proceso no difusivo; ya que en este proceso la fuerza conductora es originada por los esfuerzos internos causados por el sobre-enfriamiento. También el desarrollo de defectos que actúan como potenciales embriones de martensita es fuertemente favorecido, por las altas velocidades de enfriamiento. La martensita isotérmica es la que se forma durante un tratamiento de envejecido, que es un proceso en que el periodo de tiempo isotérmico es grande, permitiendo un proceso difusivo por lo que la cantidad de fase formada durante el proceso isotérmico determina en cierta medida el valor de dureza del material. Una descripción gráfica de los tipos de martensita se puede apreciar en la figura 12 extraída del trabajo de Shingo Kurosu et al. [54], la martensita isotérmica como se observa, presenta una superficie con poco estriado y sin defectos visibles mientras que la martensita atérmica presenta una mayor cantidad de defectos que se pueden apreciar y mayor cantidad de líneas de deformación.

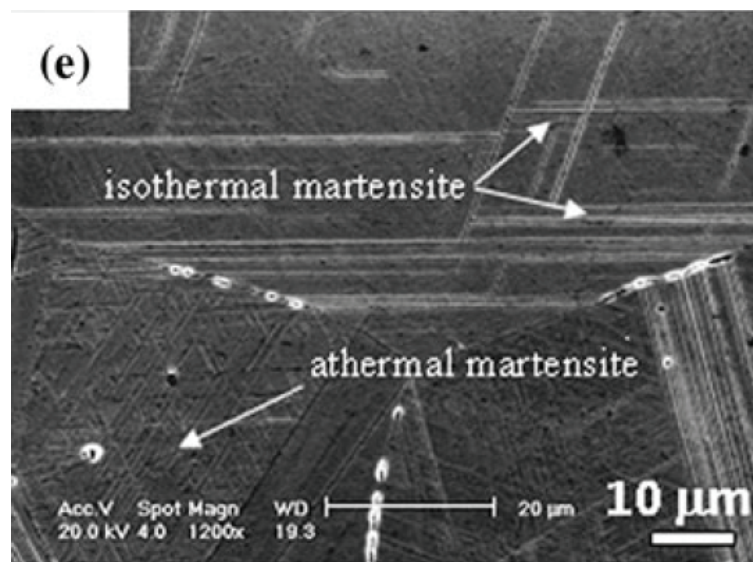


Figura 12. Micrografía mostrando la martensita atérmica y la martensita isotérmica [54].

1.7 Recocido.

El recocido es un término genérico que denota un tratamiento que consiste en el calentamiento y mantenimiento a una temperatura adecuada seguido de un enfriamiento a una velocidad apropiada, principalmente para el ablandamiento de los materiales metálicos. Generalmente, en aceros al carbono, el recocido produce una microestructura de ferrita-perlita. Los aceros pueden ser recocidos para facilitar el trabajo en frío o maquinado, para mejorar las propiedades mecánicas o eléctricas, o para promover la estabilidad dimensional. Es importante la elección de un tratamiento de recocido que proporcione una adecuada combinación de estas propiedades sin que ello implique reducir alguna de manera considerable. Los términos utilizados para denotar tipos específicos de recocido aplicados a aceros son descriptivos del método utilizado, el equipo usado, o de la condición del material después del tratamiento [55].

En la conformación de metales por trabajo en frío, existe un límite para la cantidad de deformación plástica posible sin que se dé la fractura. El recocido restaura el metal para la condición estructural similar a la previa a la deformación, haciendo posible un subsiguiente trabajado en frío.

La Recuperación, recristalización y crecimiento de grano son etapas en el recocido: Las etapas para tiempos cortos a bajas temperaturas en la cual la dureza permanece constante o incrementa lentamente, es llamada la región de recuperación. Las dislocaciones experimentan movimiento por activación térmica, comenzando a reorganizarse en la matriz, algunas más estables y difíciles de mover que en el trabajado en frío, condiciones de no recocido. Resulta en un ligero incremento en la dureza. Algunas propiedades

recuperan los valores que tenían previo al trabajo en frío, por lo tanto el término recuperación.

Recristalización: Con tiempos más largos o a temperaturas más altas, la estructura sufre cambios radicales. Aparecen cristales pequeños (de una magnitud similar a la previa al trabajo en frío) los cuales contienen una baja densidad de dislocaciones y son relativamente blandos. Nuclean cristales en regiones de alta densidad de dislocaciones, y en la microestructura aparecen en “o” cercanos a las bandas de deformación. Esta formación de granos es referida como una recristalización. Eventualmente, los granos hacen contacto entre sí con el tiempo, los núcleos crecen y aparecen más zonas de nucleación en el resto de la matriz trabajada en frío.

Crecimiento de grano: durante la recuperación la densidad de bandas de deformación disminuye, pero el cambio no es notorio. Cuando la recristalización comienza, aparecen pequeños granos equiaxiados. Los granos se continúan formando y creciendo hasta que la matriz de trabajo en frío se consume, lo cual marca el fin del periodo de recristalización y el inicio del crecimiento de grano.

Las variaciones en la dureza, que se manifiestan durante las distintas etapas en el recocido, están indicadas por los datos de dureza graficados en la Fig. 13, en la figura 12 a) se muestran los datos que se obtuvieron de recocer una aleación Cu-5Zn a una temperatura constante con diferentes tiempos. Un dato similar se muestra en la fig. 12 b), que se obtuvo de recocer la aleación Cu-5Zn en un tiempo constante a diferentes temperaturas.

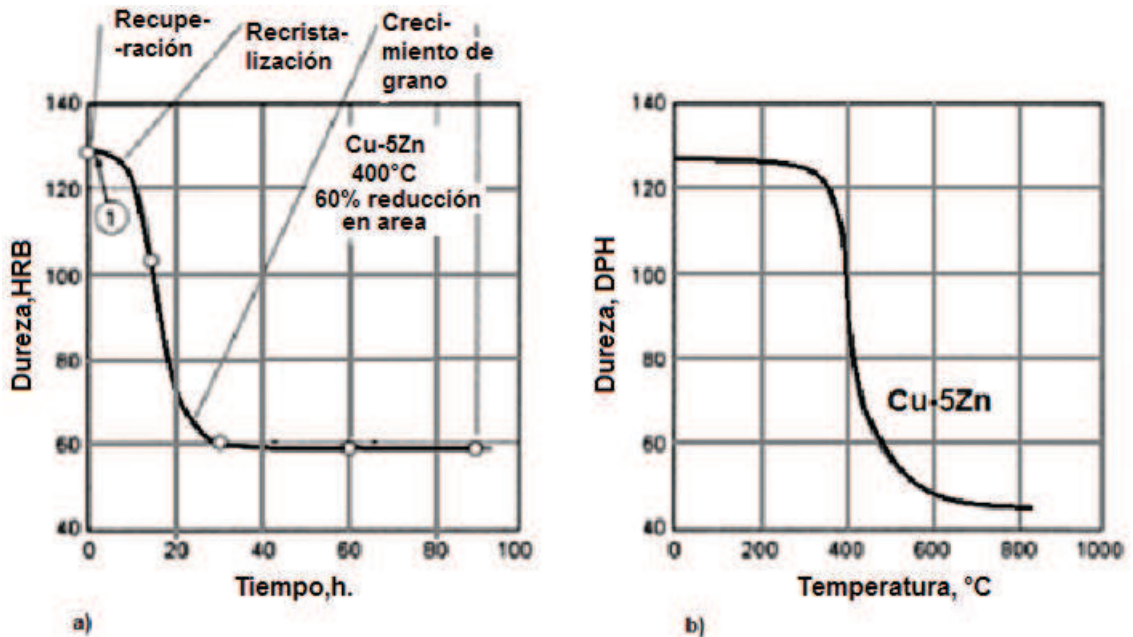


Figura 13. a) Efecto del tiempo de recocido sobre la dureza de una aleación Cu-5Zn con 60% de trabajo en frío, a temperatura constante (400 °C). b) Efecto de la temperatura de recocido sobre la dureza de una aleación Cu-5Zn con 60% de trabajo en frío, a tiempo constante [56].

Cuando se aplica un recocido a superaleaciones, esta consiste en una recristalización completa y en alcanzar la máxima ductilidad. En la práctica se aplica comúnmente en aleaciones forjadas no endurecidas. Para la mayoría de aleaciones endurecidas por envejecido, los ciclos de recocido son los mismos que para tratamientos de solución. Sin embargo, los dos tratamientos sirven para propósitos diferentes. El recocido es usado principalmente para reducir la dureza y aumentar la ductilidad para facilitar el formado o maquinado, preparación para soldar, relevado de esfuerzos después de soldar, producir microestructuras específicas o ablandamiento de estructuras endurecidas por envejecido de resolución de segundas fases. El tratamiento de solución es destinado a disolver fases secundarias o para producir una máxima resistencia a la corrosión o para preparar un endurecimiento por envejecido.

La mayoría de las superaleaciones forjadas pueden ser conformadas en frío pero son más difíciles de conformar que los aceros inoxidable austeníticos.

Operaciones severas de conformación en frío requieren varias operaciones intermedias de recocido. El recocido completo debe ser seguido por un enfriamiento rápido. Para aleaciones sensitivas a la deformación por agrietamiento en el envejecido, la velocidad de calentamiento debe ser rápida. Si la configuración de la soldadura no permite el recocido, se debe usar un envejecido para la liberación de esfuerzos en aleaciones no propensas a deformación por agrietamiento en envejecido.

El recalentamiento para el trabajo en caliente es similar a un recocido, en el que el objetivo es promover la adecuada formabilidad del metal deformado. El control de temperatura puede ser crítico para las propiedades resultantes, como variable grado de recristalización, y el control de crecimiento de grano deseado [56].

1.8 Defectos cristalinos.

Un cristal perfecto es una idealización: no existe tal cosa en la naturaleza. El arreglo atómico en materiales reales no sigue un patrón cristalino perfecto. No obstante, la mayoría de materiales que son útiles en ingeniería son cristalinos hasta una aproximación considerable. Hay razones físicas fundamentales para tal caso. Las estructuras preferidas de sólidos de baja temperatura son aquellas que minimizan la energía. La configuración atómica de baja energía es casi invariablemente cristalinas desde el patrón regular de las repeticiones de la red cristalina cualquier configuración local es más favorable para la unión. Hay una razón física fundamental por la que el cristal es imperfecto. Mientras una estructura cristalina perfecta es preferida, al menos en el límite de baja temperatura, los

átomos son relativamente inmóviles en sólidos y esto es, por lo tanto, una dificultad para eliminar imperfecciones que se introdujeron en el cristal durante su crecimiento, procesado o uso.

Si los materiales fueran cristales perfectos entonces sus propiedades podrían ser dictadas por su composición y estructura cristalina solamente, y podrían ser muy reducidas en sus valores y variedades. Es esta la posibilidad de hacer materiales cristalinos imperfectos que permitan a los científicos en materiales para afinar las propiedades de los materiales dentro de las diversas combinaciones que los dispositivos de ingeniería lo requieren.

Las partes más importantes de la microestructura de un material son los defectos cristalinos que son manipulados para mejorar su comportamiento. Es útil clasificar los defectos en la red cristalina por su dimensión: Defectos 0-dimensional afectan sitios aislados en la estructura del cristal y por lo tanto son llamados *defectos puntuales*. Defectos 1-dimensional son llamados *dislocaciones*, son líneas a lo largo de las cuales el patrón del cristal está “roto”. Defectos 2-dimensional son de superficie, tal como la superficie externa y el *límite de grano* a lo largo del cual distintos cristalitas se unen. Defectos 3-dimensional cambian el patrón sobre un volumen finito, ello incluye *precipitados*, los cuales son pequeños volúmenes con estructura cristalina diferente, también incluye largos *poros o inclusiones* de partículas de fases secundarias [57].

1.8.1 Dislocaciones.

En Ciencia de los Materiales, una dislocación es un defecto cristalográfico, o irregularidad, dentro de una estructura cristalina. La presencia de dislocaciones influye fuertemente en muchas de las propiedades de los materiales. La teoría que describe los campos elásticos de los defectos fue desarrollada originalmente por Vito Volterra en 1907, [58] pero el término 'dislocación' para referirse a un defecto en la escala atómica fue acuñado por G.I. Taylor en 1934 [59]. Algunos tipos de dislocaciones pueden ser visualizados como causados por la terminación de un plano de átomos en el medio de un cristal. En tal caso, los planos de los alrededores no son rectas, sino que se doblan alrededor del borde del plano de terminación de modo que la estructura cristalina está perfectamente ordenada a cada lado. La analogía con una pila de papel es apta: si la mitad un trozo de papel se inserta en una pila de papel, el defecto en la pila sólo es apreciable en el borde de la lámina media.

Matemáticamente, las dislocaciones son un tipo de defecto topológico, a veces llamado un solitón. La teoría matemática explica por qué las dislocaciones se comportan como partículas estables: se pueden mover alrededor, pero que mantienen su identidad a medida que avanzan. Dos dislocaciones de orientación opuesta, cuando se ponen juntas, pueden anularse entre sí, sino una única dislocación normalmente no pueden "desaparecer" por su propia cuenta.

Dislocación de borde: Una dislocación de borde es un defecto donde un semiplano adicional de átomos se introduce a medio camino a través del cristal, lo que distorsiona los planos cercanos de los átomos. Cuando se aplica suficiente fuerza de un lado de la

estructura cristalina, este plano adicional pasa a través de planos de átomos rompiendo y uniendo enlaces hasta que se alcanza el límite de grano. Un diagrama esquemático sencillo de tales planos atómicos se puede utilizar para ilustrar defectos de la red tales como dislocaciones. (Figura 14 representa el concepto "semiplano extra" de un tipo de dislocación de borde). La dislocación tiene dos propiedades, una dirección de línea, que es la dirección que va a lo largo de la parte inferior del plano medio adicional, y el vector de Burger que describe la magnitud y dirección de la distorsión de la red. En una dislocación de borde, el vector de Burgers es perpendicular a la dirección de la línea. Los esfuerzos causados por una dislocación de borde son complejos debido a su asimetría inherente [60].

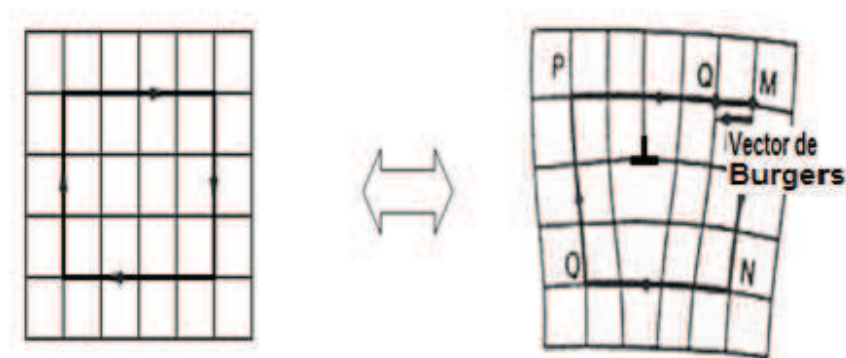


Figura 14. Representación gráfica de una dislocación de borde [60].

Dislocación de tornillo: Una dislocación de tornillo es mucho más difícil de visualizar. Imagínese un cristal cortado a lo largo de un plano y deslizado desde la mitad a través del otro por un vector de red, las mitades regresan adecuándose de nuevo juntas sin dejar un defecto. Si el corte sólo va a medio camino a través del cristal, y luego se deslizó, el límite del corte es una dislocación de tornillo. Se compone de una estructura en la que una trayectoria helicoidal se traza alrededor de la (línea de dislocación) línea del defecto por

los planos atómicos en la red cristalina (Figura 15). Tal vez la analogía más cercana es un jamón rebanado en espiral. En dislocaciones de tornillo puras, el vector de Burgers es paralelo a la dirección de la línea [60].

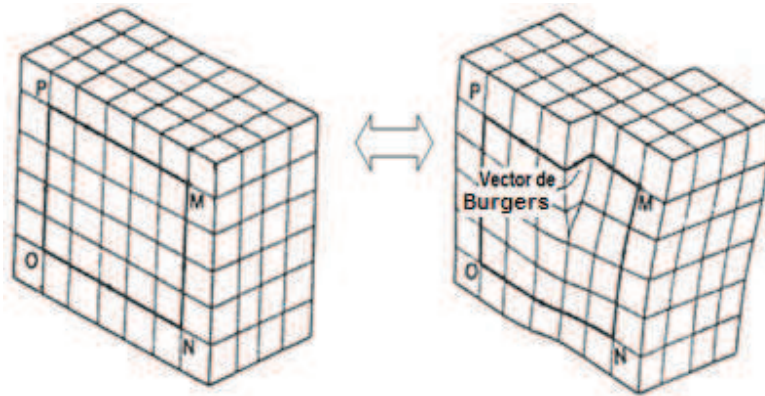


Figura 15. Representación gráfica de una dislocación tipo tornillo [60].

A pesar de la dificultad en la visualización, las tensiones causadas por una dislocación de tornillo son menos complejas que las de una dislocación de borde.

1.8.2 Fallas de apilamiento.

La posibilidad de la formación de fallas de apilamiento en soluciones sólidas típicamente metálicas ha llegado recientemente a desempeñar un papel cada vez más importante en la comprensión de muchas de las propiedades de las soluciones sólidas, en particular aquellas con la estructura cúbica centrada en las caras y las estructuras hexagonales compactas. Tales fenómenos son cambios en la resistividad eléctrica, el trabajo de cementación, recristalización, fluencia, deformación textura, la cristalografía de las

transformaciones de fase, la corrosión, la morfología de fase entre otros que se relacionan con la presencia de fallas de apilamiento y por lo tanto a la energía de falla de apilamiento. La estructura cubica centrada en las caras y la hexagonal compacta están estrechamente relacionadas y, al ser de empaquetamiento compacto, difieren esencialmente sólo en la forma en que los planos más compactos se apilan juntos.

La secuencia normal de planos $\{111\}$ en una estructura cúbica centrada en las caras puede ser descrita como ABCABCABC usando la notación habitual A, B, C. Los tres errores típicos de apilamiento se ilustran mediante los patrones de apilamiento característicos mostrado en la fig. 16. Ellos son: (1) la falla intrínseca, correspondiente a la eliminación de una capa de átomos de empaquetamiento compacto, (2) la falla extrínseca, que corresponde a la inserción de una capa de empaquetamiento compacto extra de átomos, y (3) la falla doble (macla), originada en la interfaz entre dos cristalitos que son perfectos en relación doble [61]. “ Las fallas intrínsecas han recibido la mayor atención, y los cálculos basados en modelos idealizados sugieren que tales defectos deben producir la ampliación y cambios en las posiciones de los picos de rayos X. Consideraciones teóricas de la influencia de las fallas individuales y fallas extrínsecas indican que la correspondiente línea de ampliación de rayos X debe ser asimétrica en ambos casos y que los cambios de pico resultantes de la presencia de fallas extrínsecas deben ocurrir en una dirección opuesta al desplazamiento producido por la falla intrínseca. El trabajo publicado hasta la fecha indica que en los metales predominan las fallas intrínsecas. Sin embargo, en otros materiales, por ejemplo, en silicio, la energía de falla de apilamiento de las fallas intrínsecas y extrínsecas puede ser de aproximadamente la misma magnitud. Si, además, se tiene en cuenta los casos menos idealizados en el que la distribución de la densidad de

falla de apilamiento es variable en una muestra, la predicción de la pauta general de rayos X se convierte en algo muy complejo”, todo lo anterior de la revisión de Cahn et al. [62]. Sin embargo, el trabajo de rayos X ha servido como un medio útil para la comparación entre los diferentes metales y aleaciones y para los estudios de las tendencias de la probabilidad de fallas con composiciones y temperaturas.



Figura 16. Vista planar de posiciones atómicas y secuencias de apilamiento para: (a)Cristal perfecto Fcc, (b) Falla de apilamiento intrínseca, (c) Falla de apilamiento extrínseca,(d) Falla Macla, (e)Cristal Macla[62] .

La posibilidad de la existencia de fallas de apilamiento en las estructuras hcp y bcc ha sido considerado en un número de publicaciones tanto desde el punto de vista experimental como teórico. En metales bcc y hcp las fallas de apilamiento no producen cambios de línea. En los metales de estructura hexagonal compacta, la tercera capa esta apilada en dirección a la primera, basada en una secuencia de apilamiento ABABAB lo que produce la ampliación de ciertas reflexiones, que se ha observado experimentalmente, en particular en el caso de cobalto como lo estudió F. Fellaha et al. [63]. En la figura que se muestra a continuación (Fig. 17) se muestran secuencias de apilamiento en una imagen en Alta Resolución en Microscopía Electrónica de Transmisión (HRTEM por sus siglas en inglés) para una muestra de Cobalto.

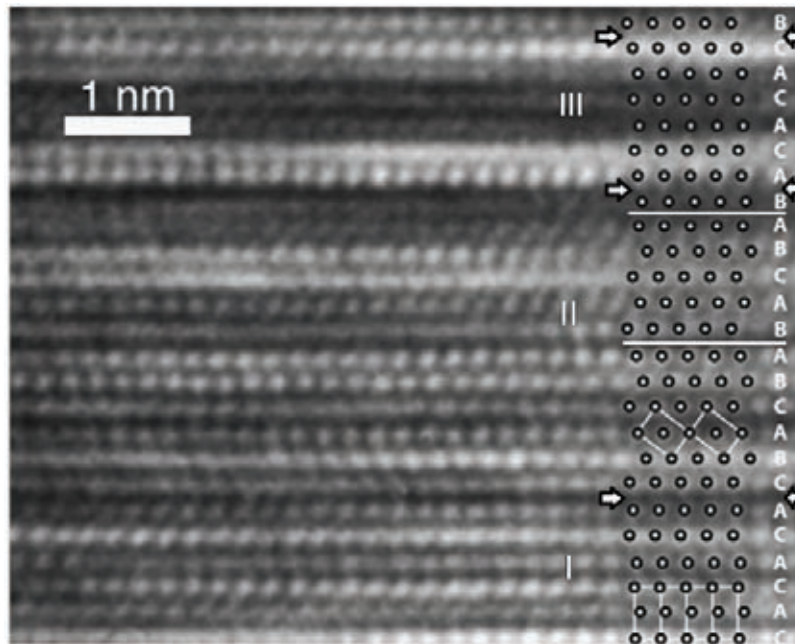


Figura 17. Imagen de HRTEM con detalles de la secuencia de apilamiento que muestra dos regiones de fase Hcp libres de fallas (I y III) y una región de fase fcc con fallas (II). Las líneas horizontales blancas indican las fallas de apilamiento en la estructura fcc y las flechas indican los límites entre las fases. Imagen tomada de [63].

1.8.3 Límites de grano.

Por definición, un límite de grano es un defecto en dos dimensiones el cual separa dos granos del mismo material cristalino y como principales características a señalar se tienen que los límites de grano son sumideros de dislocaciones. Las propiedades dependen de los planos en los límites de granos y son gobernados por vacantes, impurezas y dislocaciones presentes en los límites de granos tal como lo concluye J. Thibault [64].

El control del tamaño de grano es uno de los medios más utilizados para influir en las propiedades de los materiales. En consecuencia, los esfuerzos se han dirigido en los últimos años hacia una mejor comprensión de los límites de grano. La revisión hecha por Robert W. Cahn et al. [65] permite entender por qué la naturaleza compleja de las fuerzas

interatómicas y relajaciones en las interfaces ha motivado el desarrollo de la mayoría de formas cristalográficas, criterios para la predicción de la estructura, la energía y otras propiedades físicas de interfaces.

En trabajos previos para el caso de una aleación Co-27Cr-5Mo-0.1N se usó un proceso que denominaron de transformación inversa en el que se llevaron a cabo solo tratamientos térmicos, sin involucrar deformación por trabajado mecánico, después de un tratamiento de solución y envejecido a la muestra esta se temple en agua y posterior a esto se vuelve a elevar su temperatura sin envejecer y se finaliza con un temple, los valores exactos tanto de tiempo como de temperatura los podemos encontrar en el trabajo de Kurosu S et al.[66]. Retomamos este trabajo para mostrar como la microestructura cambia de lamelar a equiaxiada reflejándose en un incremento de límites de grano (fig. 18a) tras el efecto de refinamiento además del incremento en las propiedades mecánicas (fig.18b).

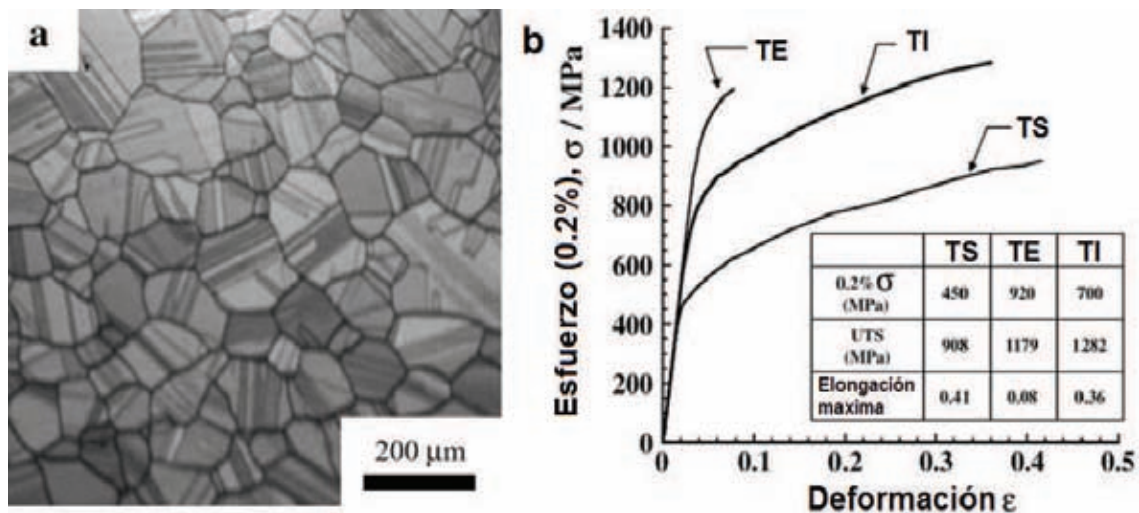


Figura 18. a) Micrografía con granos equiaxiados de una muestra de la aleación Co-27Cr-5Mo-0.1N tratada térmicamente a 1200°C, b) Gráfica esfuerzo-deformación comparando las curvas de las muestras de la aleación Co-27Cr-5Mo-0.1N con Tratamiento de Solución TS, Tratamiento de Envejecido TE y Transformación Inversa TI [66].

Es importante tener en cuenta que la aleación que estamos trabajando es Co-20% en peso Cr y no contiene Níquel, por lo que el efecto del tratamiento térmico que se espera para la estructura de la aleación Co-20% en peso Cr puede ser distinto al efecto en la estructura que se encontró para la aleación Co-27Cr-5Mo-0.1N del trabajo anterior y solo se presenta como evidencia de que dependiendo de las condiciones del tratamiento térmico y la aleación, se puede generar una microestructura granular. Ya se han explorado distintas condiciones para los tratamientos térmicos que se evaluarán en la aleación Co-20% en peso Cr y solo en la condición que se muestra en la figura 19 se ha observado una microestructura granular, aunque como se puede ver, la microestructura presenta granos alargados y poco homogéneos con respecto a su forma. Esta condición de tratamiento podría ser descartada por la cantidad y tamaño de los precipitados entre otras características, por lo que solo se muestra para comparar el comportamiento de nuestra aleación en lo que refiere a los límites de grano.

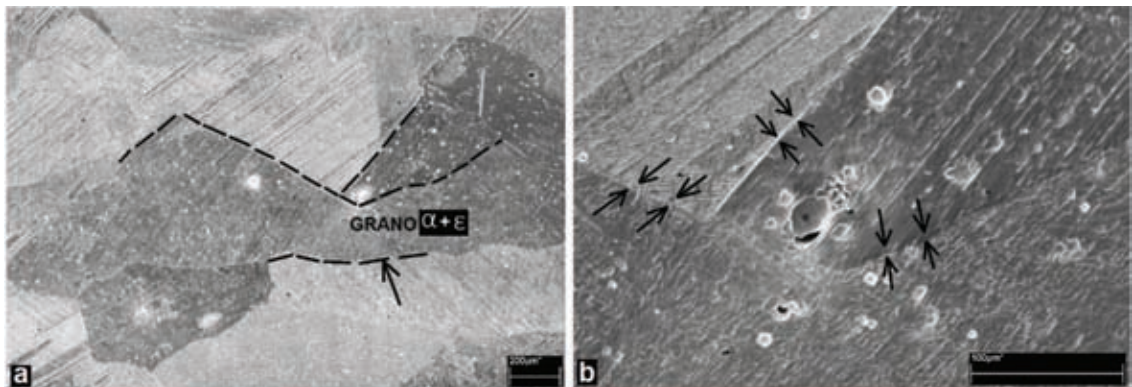


Figura 19. Micrografías a distintos aumentos de muestra de la aleación Co-20% en peso Cr tratada térmicamente a 1050°C en agua. a) Grano con composición bifásica de matriz α -Co con cantidades de ϵ -Co marcado con líneas entrecortadas, b) Región presentando límites de grano indicados con flechas negras.

1.9 Propiedades mecánicas.

El empleo exitoso de los metales en aplicaciones de ingeniería se basa en la capacidad del metal para satisfacer los requisitos de diseño y de servicio y para ser fabricado con las dimensiones adecuadas. La capacidad de un metal para cumplir con estos requisitos se determina por las propiedades mecánicas y físicas del metal. Las propiedades físicas son las que se miden normalmente por métodos que no requieren la aplicación de una fuerza mecánica externa (o carga). Ejemplos típicos de las propiedades físicas son la densidad, propiedades magnéticas (por ejemplo, permeabilidad), la conductividad térmica y la difusividad térmica, propiedades eléctricas (por ejemplo, la resistividad), calor específico y coeficiente de expansión térmica. Las propiedades mecánicas se describen como la relación entre las fuerzas (o tensiones) que actúa sobre un material y la resistencia del material a la deformación y la fractura. Esta deformación, sin embargo, puede o no ser evidente en el metal después de que se retira la carga aplicada. Se emplean diferentes tipos de pruebas, que utilizan una fuerza aplicada, para medir las propiedades, tales como módulo elástico, resistencia a la fluencia, deformación plástica y elástica (es decir, alargamiento), dureza, resistencia a la fatiga, y resistencia a la fractura[67]. Especímenes típicos para estas evaluaciones se muestran en la Fig. 20.

Las propiedades mecánicas dependen en gran medida de los factores microestructurales (por ejemplo, tamaño de grano, distribución de fase, contenido de segunda fase), estructura cristalina (es decir, la disposición de los átomos), y la composición química.

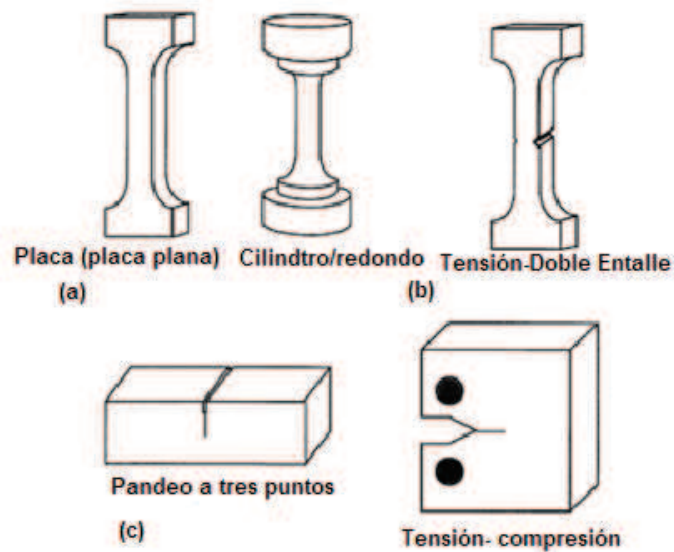


Figura 20. Especímenes típicos para (a) las pruebas de tensión, (b) pruebas de tensión con muescas, y (c) pruebas de resistencia a la fractura [67].

Un ejemplo común de la relación entre la microestructura y comportamiento mecánico es la frecuencia observada aumento en la tensión de fluencia con una disminución en el tamaño de grano. Relaciones como éstas entre la estructura metálica y el rendimiento hacen que la determinación de propiedades mecánicas sea importante para una amplia variedad de aplicaciones estructurales en la elaboración de metal, en el análisis de fallas y la prevención, y en el desarrollo de materiales para aplicaciones avanzadas. Las siguientes discusiones están diseñadas para introducir brevemente las relaciones típicas entre las características metalúrgicas (tales como las estructuras de cristal y microestructuras) y el comportamiento mecánico de los metales. Utilizando ejemplos básicos, se introducen mecanismos de deformación y fractura. Las propiedades típicas medidas durante los ensayos mecánicos a continuación, se relacionan con estos mecanismos de deformación y las microestructuras de los metales.

1.9.1 Dureza.

El término dureza, como se utiliza en la industria, puede ser definida como la capacidad de un material para resistir la indentación o la deformación permanente cuando está en contacto con un indentador bajo carga. En general, un ensayo de dureza consiste en presionar un penetrador de geometría conocida y las propiedades mecánicas en el material de prueba. La dureza del material se cuantifica usando uno de una variedad de escalas que indican directa o indirectamente la presión de contacto implicado en la deformación de la superficie de ensayo. Dado que el penetrador se presiona en el material durante la prueba, la dureza también se considera como la capacidad de un material para resistir cargas de compresión. El penetrador puede ser esférico (prueba de Brinell), piramidal (pruebas de Vickers y Knoop), o cónica (prueba Rockwell). En los ensayos Brinell, Vickers y Knoop, valor de la dureza es la carga soportada por unidad de área de la indentación, expresada en kilogramos por milímetro cuadrado (kgf/mm^2). En las pruebas de Rockwell, la profundidad de indentación a una carga prescrita se determina y se convierte en un número de dureza (sin unidades de medida), que está inversamente relacionada con la profundidad. Las pruebas de dureza ya no se limitan a los metales, y las herramientas y procedimientos disponibles en la actualidad cubren una amplia gama de materiales, incluyendo polímeros, elastómeros, películas delgadas, semiconductores y cerámica. Las mediciones de dureza tal como se aplica a las clases específicas de los materiales transmiten diferentes aspectos fundamentales del material. Por lo tanto, para los metales, la dureza es directamente proporcional a la tensión de fluencia uniaxial en la tensión impuesta por la indentación. Esta afirmación, sin embargo, puede no ser aplicable en el caso de los polímeros, ya que su límite de elasticidad es mal definido. Sin embargo, la dureza puede ser una técnica útil

para la caracterización de diferentes propiedades de los polímeros, tales como el almacenamiento y el módulo de pérdida. Del mismo modo, la dureza medida de cerámica y vidrios puede estar relacionada con su resistencia a la fractura, y no parece ser cierta la correlación entre la dureza y resistencia a la compresión.

La consecuencia de la dureza del material también depende de su aplicación en la industria. Por ejemplo, un ingeniero de mecánica de fractura puede considerar como un material duro frágil y menos fiable bajo las cargas de impacto; un Tribologista puede considerar alta dureza como deseable reducir la deformación plástica y el desgaste en aplicaciones de cojinetes. Al metalúrgico le gustaría tener menor dureza de laminación en frío de los metales, y un ingeniero de fabricación preferiría materiales menos duros para el mecanizado fácil y más rápido y una mayor producción. Estas consideraciones conducen, durante el diseño del componente, a la selección de diferentes tipos de materiales y procesos de fabricación para obtener las propiedades requeridas del material del producto final, que son, en muchos casos, que se estima mediante la medición de la dureza del material. Dureza, aunque aparentemente simple en concepto, es una propiedad que representa un efecto de compuesto elástico y campos de esfuerzos de plástico instaladas en el material que está siendo probado. No se debe esperar que los eventos microscópicos tales como movimientos de dislocación y transformaciones de fase que pueden ocurrir en un material bajo el indentador se repitan exactamente a sí mismos para cada hendidura, incluso bajo condiciones de ensayo idénticas. Sin embargo, la experiencia ha demostrado que las indentaciones producidas en las mismas condiciones de ensayo son macroscópicamente casi idénticas, y las mediciones de sus dimensiones producen números de dureza bastante repetibles para un material dado. Esta observación por James A. Brinell

en el caso de un indentador esférico llevó a la introducción de la prueba de dureza Brinell. Este fue seguido por otras pruebas con ventajas únicas sobre el penetrador Brinell, como se describe en los distintos artículos de la presente sección. El ensayo de dureza es tal vez el más simple y el método menos costoso de caracterizar mecánicamente un material, ya que no requiere una preparación de la muestra elaborado, más bien implica el equipo de prueba de bajo costo, y es relativamente rápida. Las investigaciones teóricas y empíricas han dado lugar a relaciones cuantitativas bastante precisas entre dureza y otras propiedades mecánicas de materiales tal como última resistencia a la tracción, límite de elasticidad y coeficiente de endurecimiento por deformación, y resistencia a la fatiga y fluencia. Estas relaciones ayudan a medir estas propiedades con una precisión suficiente para el control de calidad durante las etapas intermedias y finales de fabricación. Muchas veces las pruebas de dureza es la única alternativa de prueba no destructiva disponible para calificar y suelte componentes terminados para su aplicación final, todo lo anterior revisado de [68].

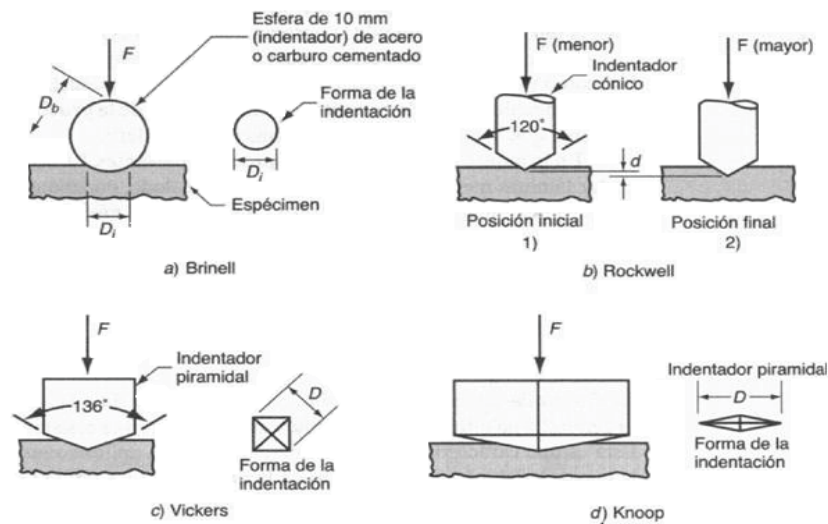


Figura 21. Diferentes tipos de prueba de dureza [69].

1.9.2 Tensión.

La prueba de tensión es una de las pruebas más utilizadas para la evaluación de materiales. En su forma más simple, el ensayo de tensión se lleva a cabo sujetando los extremos opuestos de un elemento de prueba en el marco de carga de una máquina de prueba. La fuerza de tracción es aplicada por la máquina, dando como resultado el alargamiento gradual y eventual fractura del producto de ensayo.

Durante este proceso, los datos de la fuerza y la extensión, una medida cuantitativa de cómo el producto de ensayo se deforma bajo la fuerza de tracción aplicada, por lo general son monitoreados y registrados. Cuando se realiza correctamente, el ensayo de tracción proporciona datos de extensión fuerza que puede cuantificar varias propiedades mecánicas importantes de un material. Estas propiedades mecánicas, determinadas a partir de ensayos de tracción, incluyen pero no se limitan a las siguientes:

- propiedades de deformación elástico, tal como el módulo de elasticidad (módulo de Young) y la relación de Poisson
- resistencia a la fluencia y resistencia a la tracción
- propiedades de ductilidad, tales como el alargamiento y la reducción de área
- características de endurecimiento por deformación

Estas características de los materiales a partir de las pruebas de tensión se utilizan para el control de calidad en la producción, para la clasificación de rendimiento de los materiales estructurales, para la evaluación de las aleaciones de nuevo desarrollo, y para hacer frente a la fuerza estática como requisito de diseño.

El principio básico de la prueba de tensión es bastante simple, pero numerosas variables afecta a los resultados. La siguiente metodología y las variables se analizan:

- Forma del elemento que se probó
- Método de sujeción del elemento

- Método de aplicación de la fuerza
- Determinación de las propiedades de resistencia que no sea la fuerza máxima requerida para fracturar el elemento de prueba
- Propiedades de ductilidad por determinar
- Velocidad de aplicación de la fuerza o la velocidad de elongación (por ejemplo, el control de la tasa de estrés o la velocidad de deformación)
- Temperatura de ensayo

La información anterior revisada del ASM handbook Vol.8 [70].

1.10 Técnicas de Caracterización

Las técnicas de caracterización dependen del tamaño de la escala a la que se quiera observar las muestras y según el estudio que se esté haciendo, en la figura 22 se muestran las técnicas según el tamaño de la escala.

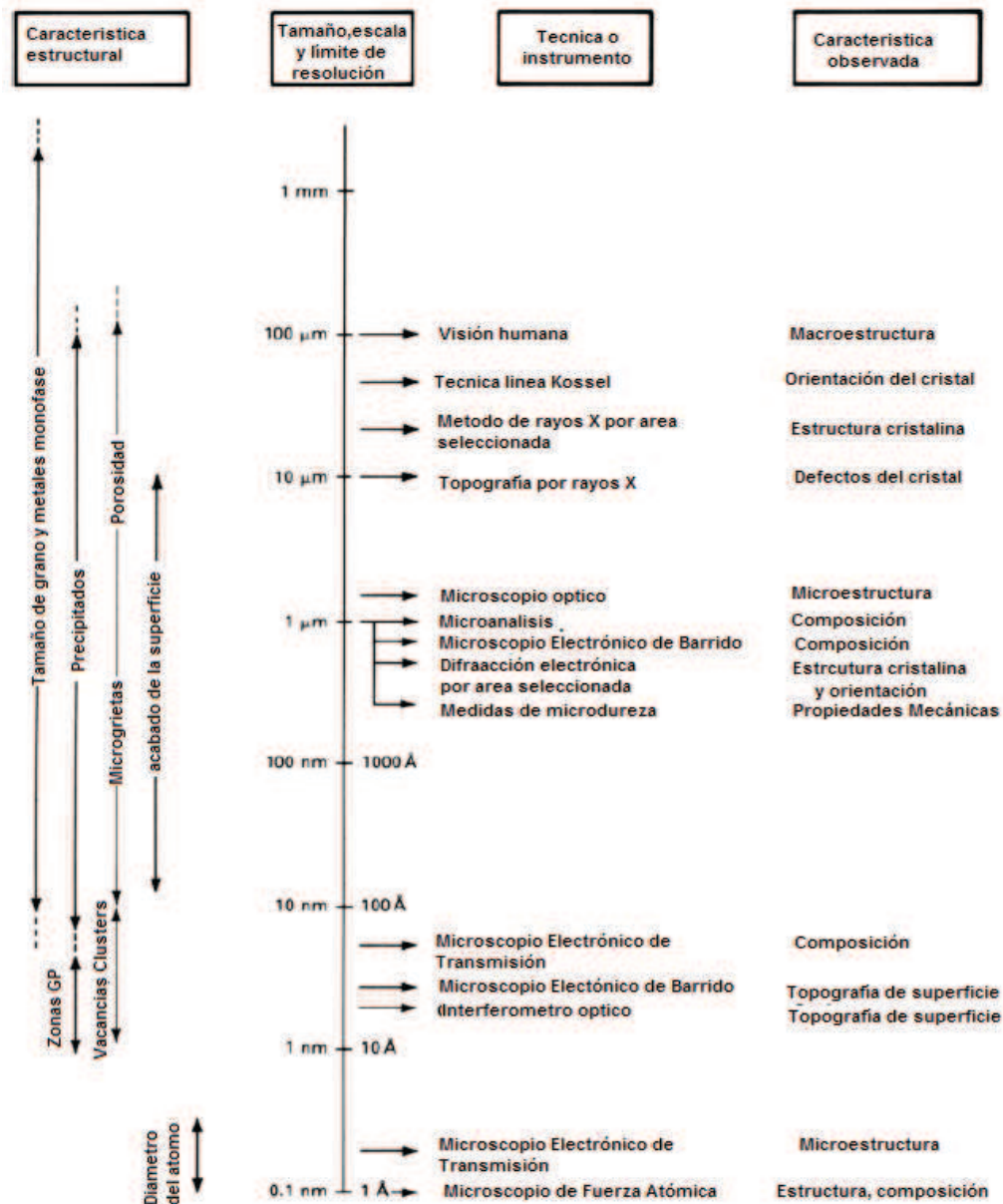


Figura 22. Tamaño de escala relacionada con las características estructurales de los metales y las técnicas de observación [71].

1.10.1 Microscopía Electrónica de Barrido.

La microscopía electrónica de barrido es una poderosa técnica que permite la observación y caracterización de materiales inorgánicos heterogéneos, y superficies en un área local. El área que es examinada es irradiada con un haz de electrones finamente enfocado; los tipos de señales que se producen cuando el haz de electrones incide en la superficie de la muestra incluye: electrones secundarios, electrones retrodispersados, electrones Auger, rayos-X característicos y fotones en diversas energías. Dichas señales son obtenidas de un volumen de emisión específico dentro de la muestra y pueden ser utilizadas para examinar determinadas características de la muestra tales como composición, superficie topográfica, cristalografía, microestructura, etc. En la técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB), las señales de mayor interés son los electrones secundarios y los electrones retrodispersados, lo anterior varía dependiendo tanto de las diferentes topografías analizadas como del barrido del haz de electrones que inciden en el espécimen. La emisión de los electrones secundarios es confinada a un volumen cercano al área de impacto del haz, lo cual permite que las imágenes obtenidas tengan relativamente una calidad de alta resolución. Los detalles óptico-electrónicos de un microscopio electrónico de barrido varían según el fabricante pero los componentes básicos se ilustran en la Figura 23, de los cuales en resumen se tiene lo siguiente: 1) cañón de electrones: se tienen cañones termiónicos (utilizan un filamento de tungsteno) y cañones de emisión de campo (las cuales generan un fuerte campo eléctrico para arrancar a los electrones de los átomos); 2) lentes: se utilizan para producir imágenes claras y detalladas, dichas lentes están hechas de imanes capaces de doblar el haz de electrones, de esta manera, las lentes enfocan y dirigen dicho haz de electrones; 3) cámara de muestra: Los Detectores de Everhart-Thornley

registran los electrones secundarios, que son electrones desalojados desde la superficie exterior de un espécimen. El equipo utilizado en este trabajo fue microscopio electrónico de barrido de la Marca LEICA.

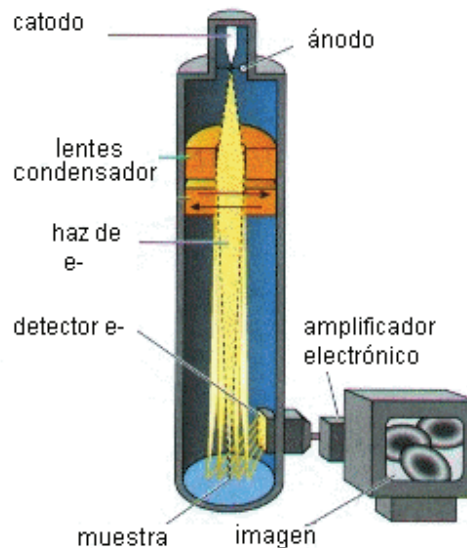


Figura 23. Componentes de un Microscopio Electrónico de Barrido, [72].

Los detectores mencionados son capaces de producir las imágenes más detalladas de la superficie de un objeto. Otros detectores, tales como detectores de electrones retrodispersados y detectores de rayos X, brindan información acerca de la composición de una sustancia; 4) cámara de vacío: esta clase de microscopios requieren vacío para operar, sin el vacío el haz de electrones generado puede encontrar constante interferencia producida por las partículas en la atmósfera.

Microanálisis en microscopia electrónica:

La señal más utilizada en un microscopio electrónico de barrido es la que proviene de las emisiones secundarias, Figura 24, los rayos X emitidos por la muestra se utilizan para el

análisis químico elemental de la muestra, ya que son característicos para cada elemento constituyente de una muestra, [73]. La emisión de rayos X característicos se produce cuando un haz de electrones incide sobre una muestra, la muestra absorbe energía de la radiación incidente y se excita, cuando los electrones excitados regresan a sus estados basales la muestra emite radiación en longitudes de onda dentro del intervalo de los rayos X, esto ha dado lugar a que el análisis en microscopía electrónica sea una técnica muy importante para la caracterización de todo tipo de materiales sólidos. En un espectro de rayos X, la medida de la longitud de onda o de la energía, permite determinar los elementos que están presentes en la muestra, es decir realizar un análisis cualitativo. Mientras que la medida de los fotones de rayos X emitidos por segundo permite realizar un análisis cuantitativo.

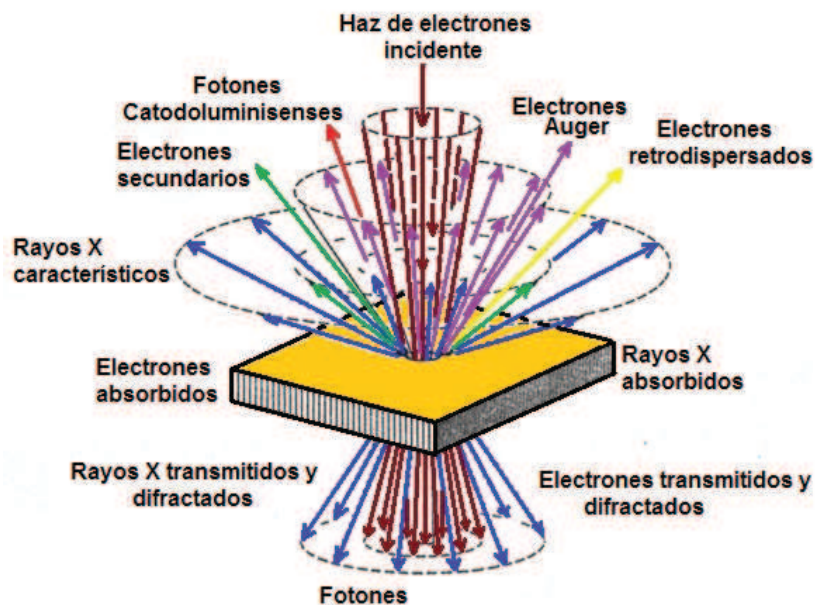


Figura 24. Diferentes tipos de emisiones secundarias provocadas por el haz incidente de electrones.

Para analizar una muestra se debe elegir entre dos métodos diferentes: 1) Medida de la longitud de onda de los rayos X, con un espectrómetro de dispersión de longitudes de onda, denominado microsonda electrónica; 2) Medida de la energía de los rayos X característicos, con un espectrómetro de dispersión de energías (Energy Dispersive Analysis, EDS). Este tipo de medición, aunque menos precisa que la anterior, es actualmente el sistema más utilizado.

1.10.2 Difracción de Rayos-X

La técnica de difracción de rayos-X es de gran ayuda para la caracterización de los materiales, puesto que brinda información respecto a la estructura cristalina y las distancias interplanares de los mismos. La difracción ocurre cuando una onda encuentra una serie de obstáculos regularmente espaciados que: 1) son capaces de dispersar la onda y, 2) tienen espaciamientos que son comparables en magnitud a la longitud de la onda. Además, la difracción es consecuencia de una relación de fase específica que se establece entre dos o más ondas que son dispersadas por diversos obstáculos. Los rayos-X son una forma de radiación electromagnética que tiene altas energías y longitudes de onda pequeñas (longitudes de onda en el orden de espaciamientos atómicos en los sólidos). Cuando un haz de rayos-X incide en un material sólido, una porción de dicho haz puede ser dispersado en todas direcciones por los electrones asociados a cada átomo o los iones que se conducen hacia el interior del patrón del haz. Así, considerando dos planos paralelos de átomos $A - A'$ y $B - B'$, ilustrados en la Figura B, los cuales tienen los mismos índices de Miller h , k y l y son separados por el espaciamiento interplanar d_{hkl} . Asumimos que una haz paralelo, monocromático y coherente (en fase) de rayos-X de

longitud de onda λ incide sobre estos dos planos con un ángulo θ . De esta manera, dos rayos del haz, etiquetados como 1 y 2, son dispersados por los átomos P y Q, Figura 25. Además, la interferencia constructiva de los rayos dispersados $1'$ y $2'$ ocurre también en el ángulo θ para los dos planos, si diferencia entre la longitud del patrón $1 - P - 1'$ y $2 - Q - 2'$ (por ejemplo $\overline{SQ} + \overline{QT}$) es igual al número, n , de las longitudes de onda. Se tiene que la condición para que se dé el fenómeno de difracción es:

$$n\lambda = \overline{SQ} + \overline{QT}$$

O bien

$$n\lambda = d_{hkl}\text{sen}\theta + d_{hkl}\text{sen}\theta = 2d_{hkl}\text{sen}\theta$$

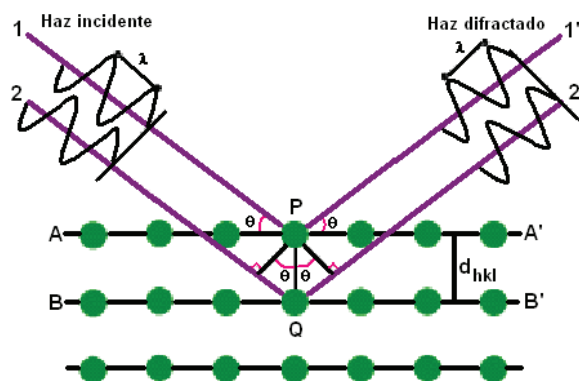


Figura 25. Difracción de rayos-X por planos de átomos ($A - A'$ y $B - B'$).

La ecuación anterior se conoce como la Ley de Bragg, en donde n , es el orden de la reflexión, que toma valores enteros, lo cual es consistente con que el $\text{sen}\theta$ no exceda la unidad. La magnitud de la distancia entre dos planos adyacentes y paralelos de átomos

(por ejemplo el espaciamiento interplanar d_{hkl}) es una función de los índices de Miller (h , k y l), y de los parámetros de la red.

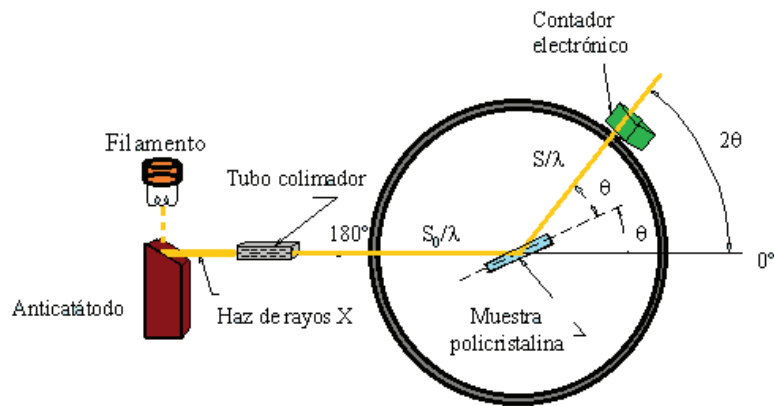


Figura 25. Diagrama esquemático de un difractómetro de rayos-X.

Un difractómetro es un aparato usado para determinar los ángulos a los cuales la difracción ocurre, las muestras pueden ser polvos o placas sólidas. La Figura 25, muestra esquemáticamente un diagrama correspondiente a un difractómetro de rayos-X. El difractómetro de rayos-X normalmente posee una geometría de Bragg-Bretano en el que, el contador electrónico puede formar un ángulo variable con el haz incidente de rayos-X. El registro gráfico o difractograma consiste de picos distribuidos en función de los valores angulares 2θ , y que corresponden a las de las reflexiones que representan, [74]. El quipo utilizado en el presente trabajo fue un Siemens D5000.

Capítulo 2

Metodología

2.1. Fusión/Solidificación de la aleación.

Con el propósito de obtener una aleación biocompatible para poder utilizarla como implante dental, prótesis de cráneo o bioprótesis para dispositivos cardiovasculares, a partir de aleaciones base Cobalto-Cromo por el método de colada, se propusieron diferentes aleaciones con distinta composición química (variando el porcentaje de Cromo), basándonos en el diagrama de fases en equilibrio para el sistema Cobalto-Cromo, figura 5. Todo esto en un estudio previo desarrollado por el equipo de trabajo del Dr. Julio Juárez que finalmente eligió la composición mostrada en la tabla 9 que posteriormente fue caracterizada.

Aleación	% en Peso Cobalto, Co	Peso Real Aleación, Co, [g]	% en Peso Cromo, Cr	Peso Real Aleación, Cr, [g]
Co-Cr	80	322.425	20	82.05

Tabla 9. Composición y peso real de la aleación Cobalto-Cromo.

La fusión de las aleaciones Cobalto-Cromo se realizó en un horno de inducción eléctrica de atmósfera controlada, en el cual, la energía es generada por el fenómeno de inducción magnética. La inducción magnética es el proceso mediante el cual campos magnéticos generan campos eléctricos. Al generarse un campo eléctrico en un material conductor, los

portadores de carga se verán sometidos a una fuerza y se inducirá una corriente eléctrica en el conductor.

Los hornos de inducción se utilizan debido a que son limpios, pueden fundir metales con rapidez y en general son fáciles de operar. Dentro de las principales ventajas que trae la utilización de los hornos de inducción tenemos:

- Es limpio, eficiente desde el punto de vista energético
- Puede ser empleado en la fusión de materiales ferrosos y no ferrosos y todas sus aleaciones.
- Maneja un rango de capacidades entre menos de 1 Kg y varias decenas de toneladas, y frecuencias desde las de red (50-60 Hz), llegando a los 400 KHz.

Se preparó la aleación base Cobalto de composición de Co-20% en peso de Cromo por medio de fusión por inducción en vacío. Antes de iniciar la fundición, se cubre el interior del horno de inducción con fibra aislante con el propósito de proteger las partes internas del horno (bobina de inducción, brazo mecánico, etcétera), Figura 27.



Figura 27. Vista interior del Horno de Inducción recubierta de fibra aislante (compuesta por óxidos de aluminio y magnesio).

Los elementos de alta pureza fueron colocados en crisoles de alúmina (el crisol de alúmina, a su vez, estaba contenido en un crisol de grafito para protegerlo del choque térmico). Posteriormente, se realizaron tres purgas con argón de alta pureza para eliminar el oxígeno del ambiente, en la última purga se dejó el horno con vacío y se procedió a realizar la fundición, Figura 28. Cabe señalar, que la colada de la aleación de cobalto-cromo se hizo por gravedad, con ayuda de un sistema mecánico implementado en el horno de inducción acompañado de una modificación al crisol de alúmina, el cual fue maquinado con un pequeño orificio en el centro de la base del crisol para colocar una varilla del mismo material (alúmina) y cubrirlo. De esta manera, cuando la aleación se encontraba completamente líquida se descubría el orificio para dejar fluir el metal por gravedad hacia el molde de cobre rectangular (técnica del bloque frío).

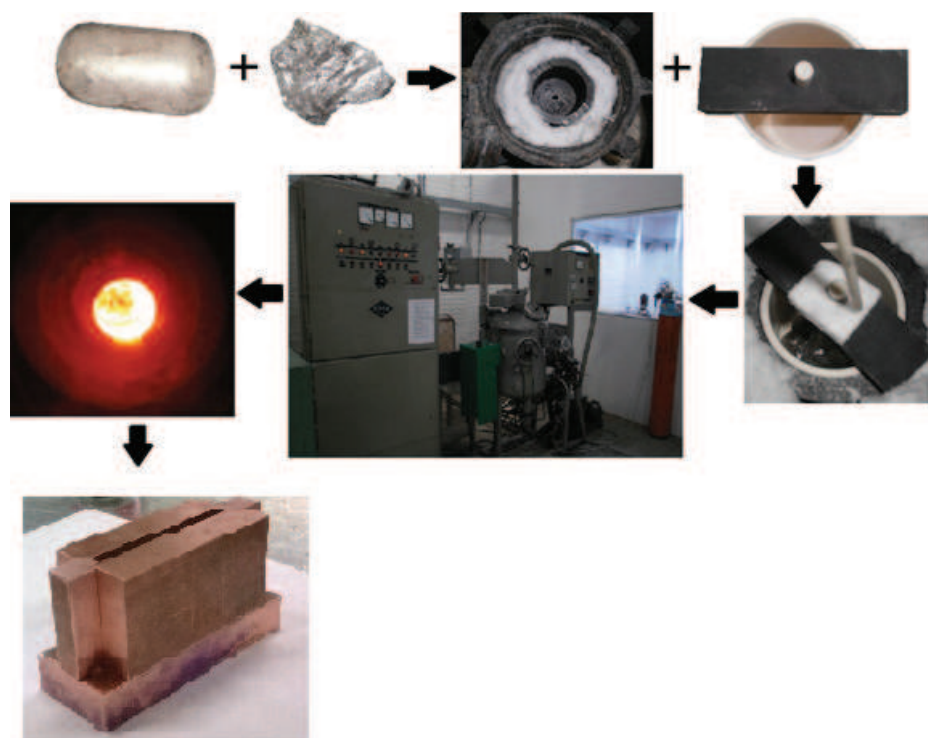


Figura 28. Horno de inducción, materiales utilizados durante la fusión y molde de cobre.

La operación del horno de inducción consiste en encender las pastillas termomagnéticas que dan paso a la corriente alterna que alimenta al horno de inducción y la bomba de agua. Una vez realizada esta acción, se abre el horno de inducción para dejarlo listo con los materiales que se van a fundir (como se mostró anteriormente) y se cierra. Enseguida se hace vacío dentro del horno de inducción durante 20 minutos para llegar a una presión de 133.22Pa (1Torr), y al mismo tiempo se enciende la fuente de poder. Encendida la fuente de poder, se debe ajustar el voltaje de operación y la frecuencia con las que se fundirá el material. En nuestro caso los valores de frecuencia y voltaje son de 3.3 KHz y aproximadamente de 200-300V, respectivamente. La potencia se debe aumentar paulatinamente de 6KV hasta llegar a una potencia de aproximadamente 20KV, (se debe tomar como referencia el elemento con el punto de fusión más alto para establecer las condiciones de operación que, en este caso es el cromo con un punto de fusión de aproximadamente 1900°C).

2.2. Corte de muestras.

Para realizar la caracterización correspondiente a las muestras obtenidas por colada y tratamiento térmico, se debe cortar la muestra seccionándola de manera longitudinal. El cobalto y sus aleaciones son más difíciles de cortar que la mayoría de los aceros, independientemente de su dureza, y aunque existen tecnologías de corte de metales tales como oxicom bustible, plasma, láser y chorro de agua que son muy eficientes [75] su costo es muy elevado por lo que teniendo presente que no solo será una muestra la que se cortará lo recomendable es usar discos de corte abrasivos por lo que el corte de las muestras se realizó con un disco de diamante de la marca Diamond Products con las siguientes especificaciones: 10'' de diámetro, 5300-RPM máximo, 7 mm de área de corte

efectiva (diamante) y 1.64 mm de espesor, corte en húmedo, el cual se montó en una máquina de corte con sistema de enfriamiento . Durante el corte de la muestra se debe tener un sistema de enfriamiento (agua) para que la aleación no se caliente y forme precipitados. Finalmente a todas las muestras se les dio un acabado con una piedra abrasiva para eliminar las posibles rebabas del proceso de corte. En la Figura 29, se muestra el procedimiento de corte realizado para la caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido y Microanálisis, junto con la imagen de una probeta sometida a proceso de acabado cuidadoso para evitar la introducción de esfuerzos, hay que señalar que es casi imposible evitar completamente la generación de dichos esfuerzos sin embargo al ser un proceso homogéneo para todas las muestras no será determinante al momento de evaluar las propiedades mecánicas porque todas las muestras de la aleación Co-20%Cr de colada y con tratamiento térmico se sometieron al mismo proceso de corte.

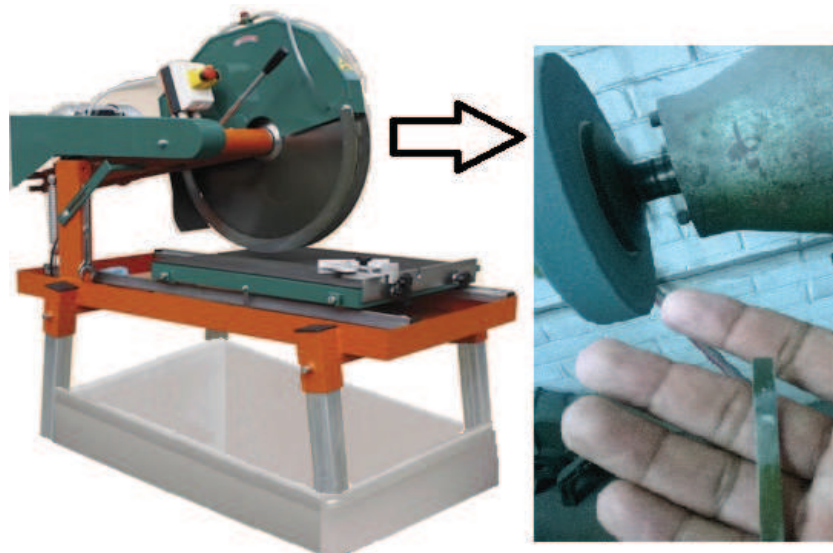


Figura 29. Proceso de corte de muestra y acabado.

2.3. Tratamientos térmicos

Se ha estudiado previamente que la resistencia mecánica y ductilidad en aleaciones base cobalto se ven beneficiadas por la distribución óptima de precipitados y bandas hcp principalmente. Sin embargo, hasta ahora, el resultado reportado ha sido motivo de controversia. Cohen et al. [47] investigó el efecto de un tratamiento de solución a 1225 °C durante 4 horas en una aleación de Co-Cr-Mo-C previamente tratada a 815 °C durante 4 horas. En su trabajo, se encontraron con que el temple produce una alta densidad de bandas hcp y de fallas de apilamiento que resultaron en elongaciones de hasta 27% y límites elásticos de 600 MPa. En contraste, Dobbs et al. [2] utilizando tratamientos de envejecimiento similares obtuvieron elongaciones de sólo 14% y límites elásticos de 430 MPa. Taylor y Waterhouse [22] encontraron que el envejecimiento de una aleación base cobalto, previamente sometida a un tratamiento de solución, a 815 °C mejora la resistencia mecánica de la aleación, mientras que reduce grandemente la ductilidad de la aleación. Mientras que C. Montero-Ocampo, M. Talavera, y H. López [49] hallaron elongaciones de 12% y esfuerzo de cedencia de 735 MPa en probetas tratadas a 815 °C, además de revisar tratamientos a temperaturas de 950 °C y 1100 °C.

De acuerdo a la revisión de los artículos antes mencionados, se observa que la ductilidad y resistencia mecánica se ha mejorado de gran manera para la aleación Co-Cr-Mo a temperaturas cercanas a la de transición de fase α -Co/ ϵ -Co, para el caso de la aleación Co-20% en peso Cr a partir de los 800 °C según el diagrama de fases descrito por K. Ishida y T. Nishizawa [26]. A partir de este punto y considerando que la mejor elongación se ha encontrado a 815 °C, para la aleación Co-Cr-Mo, es que se plantean tres temperaturas de

tratamiento térmico sin solución previa; tratamiento a 750 °C estando por debajo de la temperatura de transformación de fase, tratamiento a 900°C estando por arriba de la temperatura de transformación y a 1050 °C explorando el comportamiento de la ductilidad a esta temperatura.

Inicialmente, se tomaron placas de colada Co-20%wt.Cr de dimensiones; 2 mm de espesor, 5 mm altura y 75mm de largo y se cortaron con una cortadora de disco de diamante, seis probetas con dimensiones; 2mm de espesor, 6mm de ancho y 50mm de largo figura 30.

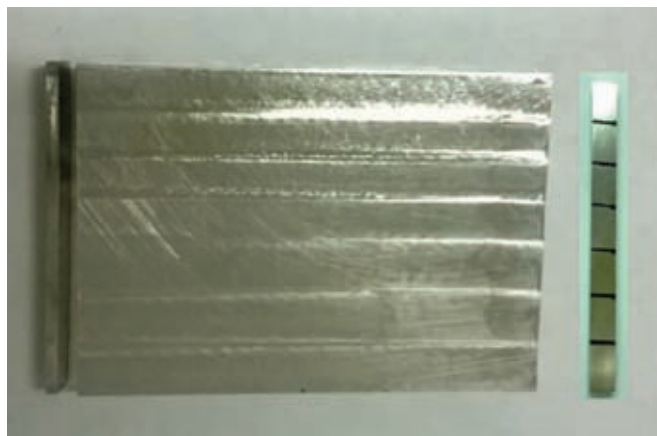


Figura 30. Placa de colada Co20%wt.Cr después del corte de probetas.

Una vez que se tuvieron listas las seis probetas de 2mm de espesor, fueron pulidas con lija para agua grado 80 y como se tenía contemplado un enfriamiento al aire y para tener un absoluto control del ambiente de las probetas en todo el proceso, se encapsularon al vacío en cuarzo, figura 31.



Figura 31. Probetas Co-20%wt.Cr encapsuladas al vacío en cuarzo.

Posterior al encapsulado, se programaron seis tratamientos térmicos los cuales se realizaron en una mufla de resistencias marca carbolite modelo RHF 16/15 de rango de temperatura de hasta 1600 y poder de 10kw sin control de atmosfera, figura 32. En el caso de las probetas, el control de atmósfera se dio con el encapsulado al vacío en cuarzo.



Figura 32. Mufla de resistencias eléctricas y colocación de muestra.

Los tratamientos térmicos realizados fueron; 750 °C, 900 °C y 1050 °C en tiempos de 1 y 3 horas respectivamente. Cada tratamiento se programó con una rampa de 100 C cada 10 minutos hasta llegar a la temperatura del tratamiento y se mantuvo dependiendo del tiempo de tratamiento ya sea una hora o tres horas. Terminado el tiempo de permanencia de la temperatura objetivo, no se dejaba reducir la temperatura y se abrió la mufla retirando la muestra y enfriándola a temperatura ambiente.

2.4. Preparación metalográfica.

La metalografía es la disciplina científica para examinar y determinar la constitución y la estructura subyacente de los constituyentes en metales, aleaciones y materiales (a veces llamado materialografía). El examen de la estructura se puede realizar en una amplia gama de escalas de longitud o niveles de ampliación, que van desde un aumento bajo o visual un examen para magnificaciones más de 1.000.000 de veces con microscopios electrónicos. Metalografía también puede incluir el examen de la estructura cristalina mediante técnicas tales como difracción de rayos x. Sin embargo, la herramienta más familiar de metalografía es el microscopio de luz, con aumentos que van desde 50 a 1000 × y la capacidad de resolver características microestructurales de 0,2 micras o más grande. La otra herramienta importante en el examen metalográfico es el microscopio electrónico de barrido (MEB). En comparación con el microscopio de luz, en el MEB se incrementa la resolución por más de dos órdenes de magnitud a aproximadamente 3 nm de instrumentos de rutina, con valores últimos por debajo de 1 nm. Aumento útil que cubre la gama desde el microscopio estereoscópico, toda la gama de la microscopio de luz, hasta gran parte de la gama del microscopio electrónico de transmisión (TEM) para una posible

visualización de $1000 \times$ a $> 100\,000 \times$. El MEB también proporciona una mayor profundidad de campo que el microscopio de luz, con la profundidad de foco que van desde 1 micra a $10.000 \times$ a 2 mm a $10 \times$, que es mayor en más de dos órdenes de magnitud en comparación con el microscopio de luz. Esta mayor profundidad de campo permite un mejor discernimiento de características de topología tales como el examen de la superficie de fractura durante el análisis de fallos. La profundidad de campo de un MEB también puede ser un factor de elección sobre luz macroscópica, cuando superficies muy rugosas están siendo examinados en un nivel macroscópico.

Las aleaciones base cobalto son relativamente fáciles de pulir y casi cualquier procedimiento de montaje se puede emplear a menos que se requiera retención del borde. Las técnicas de pulido pueden ser similares a las de las aleaciones a base de níquel, pero el cobalto y sus aleaciones son más difíciles de preparar que el níquel y sus aleaciones. Las aleaciones base-cobalto se endurecen rápidamente (debido a la transformación-fcc-a hcp), y algunas maclas fácilmente. En consecuencia, los grados de abrasivos y velocidades de pulido son menores para el cobalto que para el níquel, cobre o hierro. La preparación del cobalto y sus aleaciones es algo similar a la de los metales refractarios. La práctica siguiente es la que se siguió para la preparación metalográfica de las probetas de Co-20% en peso Cr, Figura 33.

-Lijar la muestra con diferentes tamaños de grano (80, 100, 220, 400, 600, 1200).

-Pulir la muestra con paño ultrafino con alúmina de 1 y 0.3 micras a espejo.

-Lavar la muestra en ultrasonido con acetona durante 20 minutos por lo menos en dos ocasiones para eliminar el exceso de alúmina en la muestra.

-Lavar la muestra en ultrasonido con metanol durante 20 minutos por lo menos dos veces para eliminar el exceso de alúmina en la muestra.

- Para el caso de la probeta de colada, se dio un ataque electrolítico que consta de 60 ml de HNO_3 (ácido nítrico) y 40 ml de agua destilada.

- Para las probetas tratadas térmicamente el ataque fue solamente químico sumergiendo la probeta en una solución de 70 ml H_2O , 10 ml HNO_3 , 10ml y 2 gramos de FeCl_3 por un lapso no mayor a 1 hora.

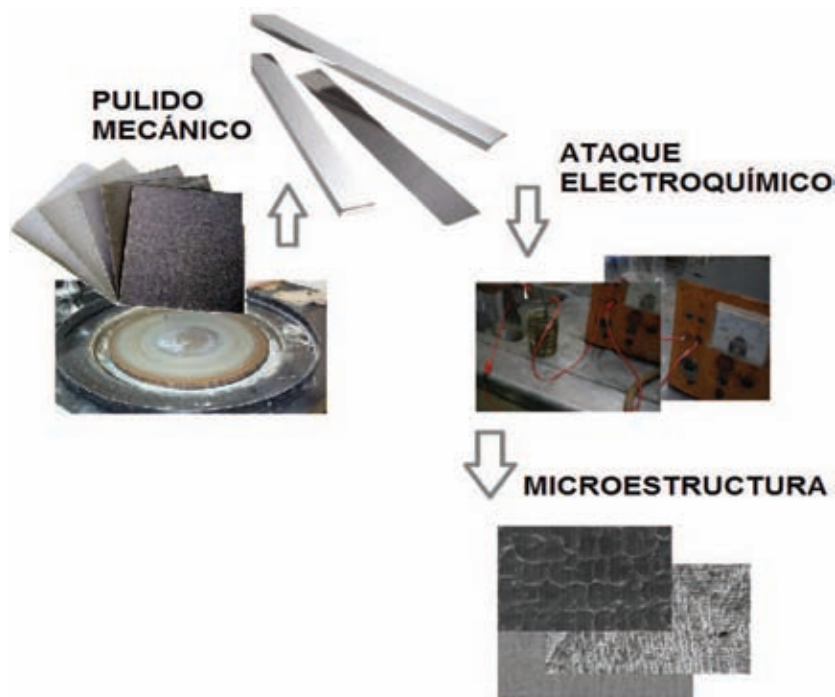


Figura 33. Preparación metalográfica de probetas de aleación Co-20%wt.Cr.

2.5 Pruebas de Dureza

Para las pruebas de dureza las probetas de la aleación Co-%20Cr se lijaron con papel lija grado 80, en el caso de las probetas tratadas térmicamente se lijo hasta que la superficie presentara la misma apariencia que la probeta de colada (homogénea sin rebabas). Al tratarse de un material duro se consideró usar una escala Rockwell y para definir la carga y el tipo de indentador se revisó la norma ASTM E 18-03 cuya tabla se presenta a continuación (tabla 10) y como observamos la escala elegida se marca en amarillo en dicha tabla y corresponde a una escala Rockwell C recomendada para aceros templados y es la que le corresponde mejor a nuestra aleación, de cualquier forma en caso que la escala este demasiado sobrada o viceversa se tiene que cambiar la escala.

Escala	Indentador	Carga Total	Color de escala	Aplicaciones
A	Cono diamante	60	Negro	Metales duros, superficies templadas, chapa fina (<0,4 mm)
D	Cono diamante	100	Negro	Piezas con superficies templada de dureza media, chapas
C	Cono diamante	150	Negro	Aceros templados
F	Bola de ϕ 1/16"	60	Rojo	Aleaciones cobre recocido, Chapa fina metálica (>0,6 mm)
B	Bola de ϕ 1/16"	100	Rojo	Aceros blandos, de construcción, metales no ferrosos
G	Bola de ϕ 1/16"	150	Rojo	Bronce, cobre-berilio, cobre-níquel, fundición maleable
H	Bola de ϕ 1/8"	60	Rojo	Aluminio, zinc, plomo
E	Bola de ϕ 1/8"	100	Rojo	Fundición, aleaciones Al-Mg, metales antifricción o sintéticos
K	Bola de ϕ 1/8"	150	Rojo	Metales antifricción o de dureza muy baja, Ebonita (ASTM D530-59T), Madera laminada (ASTM D 805-52), Materiales sintéticos (ASTM D-785-60T), Otros materiales muy blandos o muy finos.
L	Bola de ϕ 1/4"	60	Rojo	
M	Bola de ϕ 1/4"	100	Rojo	
P	Bola de ϕ 1/4"	150	Rojo	
R	Bola de ϕ 1/2"	60	Rojo	
S	Bola de ϕ 1/2"	100	Rojo	
V	Bola de ϕ 1/2"	150	Rojo	

Escalas de dureza Rockwell (Tomado de ASTM E 18-03)

Tabla 10. Escalas de dureza Rockwell.

Una vez elegida la escala se siguió el procedimiento indicado colocando al equipo contrapesos con una carga total de 150 Kg además se colocó el indentador cono diamante y la base redonda plana para la muestra, se presionó contra la probeta el indentador con

una carga previa, posteriormente se aplicó la carga principal sosteniendo la carga total por alrededor de 15 segundos. Luego de retirar la carga principal y mantener la previa, se observó en la escala correspondiente a la carga y tipo de indentador, el valor de la Dureza Rockwell calculado automáticamente por la máquina, figura 34.



Figura 34. Lectura de Dureza 18 Rockwell C a una muestra con tratamiento térmico de la aleación Co-20%Cr.

En los ensayos de dureza Rockwell, la profundidad de indentación a una carga prescrita es determinada y convertida a un número de dureza (adimensional), que se relaciona de manera inversa a la profundidad. Para los metales, la dureza es directamente proporcional al esfuerzo de cedencia uniaxial a la tensión impuesta por el indentador. Así, la dureza representa un complejo efecto que involucra las deformaciones elásticas y plásticas del

material estudiado. Por último, cabe remarcar que los ensayos de dureza probablemente sean los menos costosos y los más sencillos respecto a otras técnicas de caracterización mecánica, puesto que no se requiere una preparación de muestra elaborada. En el presente trabajo, se realizaron los ensayos de dureza Rockwell C para las distintas aleaciones Co-Cr con un durómetro marca Matsuzawa, Figura 35.



Figura 35. Durómetro Matsuzawa.

2.6 Ensayo de Tensión.

Para realizar los ensayos de tensión nos basamos en la norma ASM-E8 ajustando una dimensión de menor tamaño en un 21% más pequeña respecto a la norma por lo que las dimensiones quedan definidas como se aprecia en la figura 36 con una longitud total de 7.5cm. y un espesor de 0.25 cm. Hay que señalar que en lo que respecta a los radios no concuerdan completamente con la escala ya que el cuello quedaba muy delgado con respecto al espesor de la muestra por lo que se decidió que fuera de 0.05cm.

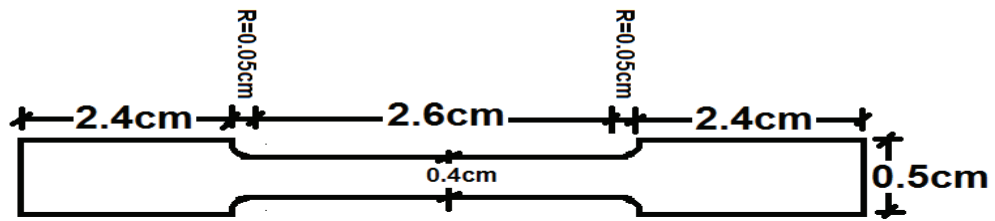


Figura 36. Dibujo de probeta de tensión mostrando las dimensiones según la norma ASTM-E8

Una vez obtenidas las medidas se procedió al corte primeramente de siete muestras de dimensiones 7.5 X 0.5 X 0.25 cm con un disco de diamante y posteriormente se maquinó el cuello y los radios con herramienta de corte para materiales de alta dureza obteniendo finalmente la probetas como la que se observa en la figura 37, de las siete muestras, seis muestras se trataron térmicamente a diferentes temperaturas y posteriormente se les realizaron las pruebas de tensión.

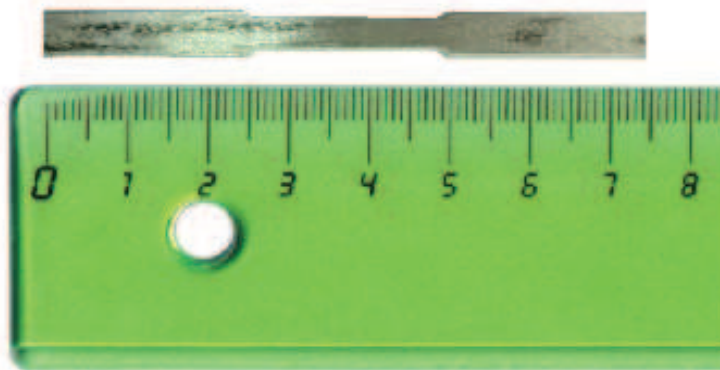


Figura 37. Mostrando la probeta de tensión después del maquinado

El ensayo de tensión se realizó en el laboratorio para pruebas mecánicas del IIM para las probetas Co-20%Cr de colada y las probetas con tratamiento térmico, consistió en el uso de una máquina de la marca INSTRON modelo 1125 como la que se muestra en la figura 38, se usó una velocidad de cabezal de 0.5mm/min según la norma E8.



Figura 38. Máquina de tensión INSTRON

La muestra se sujetó a un promedio de 2.2 cm de distancia en cada extremo, solo lo necesario para librar el cuello y tener el soporte adecuado durante toda la prueba tal como se muestra en la Figura 39. Al final de la prueba se recabaron siete graficas las cuales se analizan en el capítulo 4 de análisis de resultados.



Figura 39. Probeta de tensión sujeta en las mordazas del equipo de tensión.

Capítulo 3

Resultados Experimentales

3.1 Muestra de Colada

Para la obtención de la muestra de colada se partió de la aleación Co-20% en peso Cr seleccionada en base a sus característica microestructural libre de segregación y baja en precipitados, por lo que partiendo de una carga neta de 400 g se hizo un balance y se pesaron 320 g (80%) de Cobalto y 80 g (20%) de Cromo, se fundieron dentro de un crisol de alúmina en un horno de inducción con atmósfera controlada y posteriormente se coló en un molde de bloque frio con un sistema de enfriamiento por agua. La muestra resultante se observa en la figura 40 después de un trabajo de acabado.

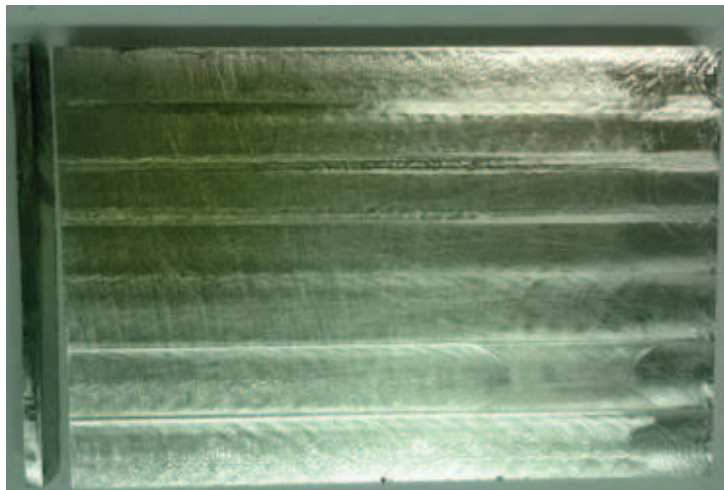


Figura 40. Placa de colada con acabado mecánico de la aleación Co-20% en peso Cr.

Para la verificación de su composición química se usó la técnica de espectroscopía por dispersión de energía de rayos X (EDS por sus siglas en inglés), se realizaron pruebas puntuales encontrando mejores valores promedio tal como se muestra en la figura xx en la que también se presenta la micrografía de señal de electrones secundarios mostrando la zona puntual en que se tomó el análisis y el patrón de rayos X con su tabla en la que se puede observar los valores de 20.40% en peso de cromo y 79.6% en peso de cobalto, fig. 41. En general, todas las pruebas realizadas muestran una variación de $\pm 1\%$ en peso tanto en el cromo como en el cobalto sin mostrar impurezas únicamente una pequeña cantidad de precipitados en regiones aisladas.

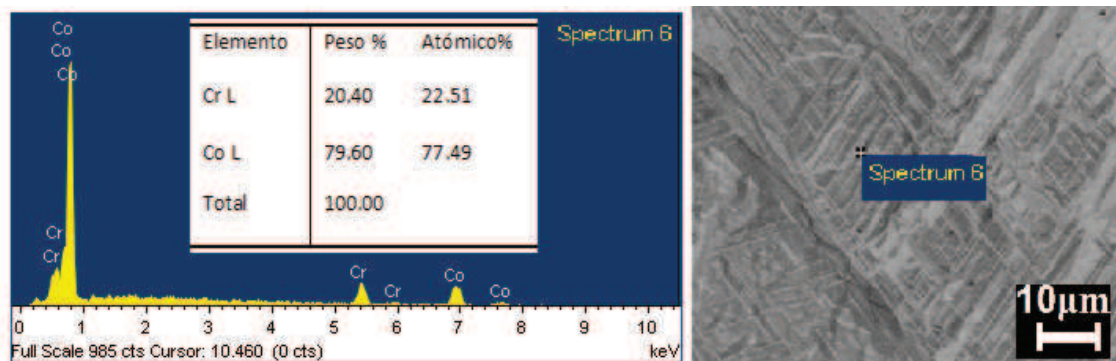


Figura 41. Patrón de rayos X obtenido por EDS y la composición química de la aleación Co-20% en peso Cr, con la micrografía mostrando la zona puntual en donde se realizó la prueba.

3.1.1. Microscopia Electrónica de Barrido ^{Se}

muestran una serie de micrografías tomadas con un Microscopio Electrónico de Barrido de la muestra de colada. La microestructura consiste de dendritas columnares de matriz de fase fcc α -Co con fase hcp ϵ -Co. También se observa la presencia de fallas de apilamiento (figura 42a), las cuales hacen un ángulo de 40° a 43° con respecto a λ_1 (brazo primario de la dendrita). En esas fallas de apilamiento tiene lugar la nucleación y crecimiento de la fase hcp ϵ -Co mediante un mecanismo martensítico. Esta fase hcp ϵ -Co crece perpendicular a la falla de apilamiento tal como se deduce en el trabajo de J.B. Vander Sande et al. [76], es una transformación martensítica a térmica cuando es debida al temple [1].

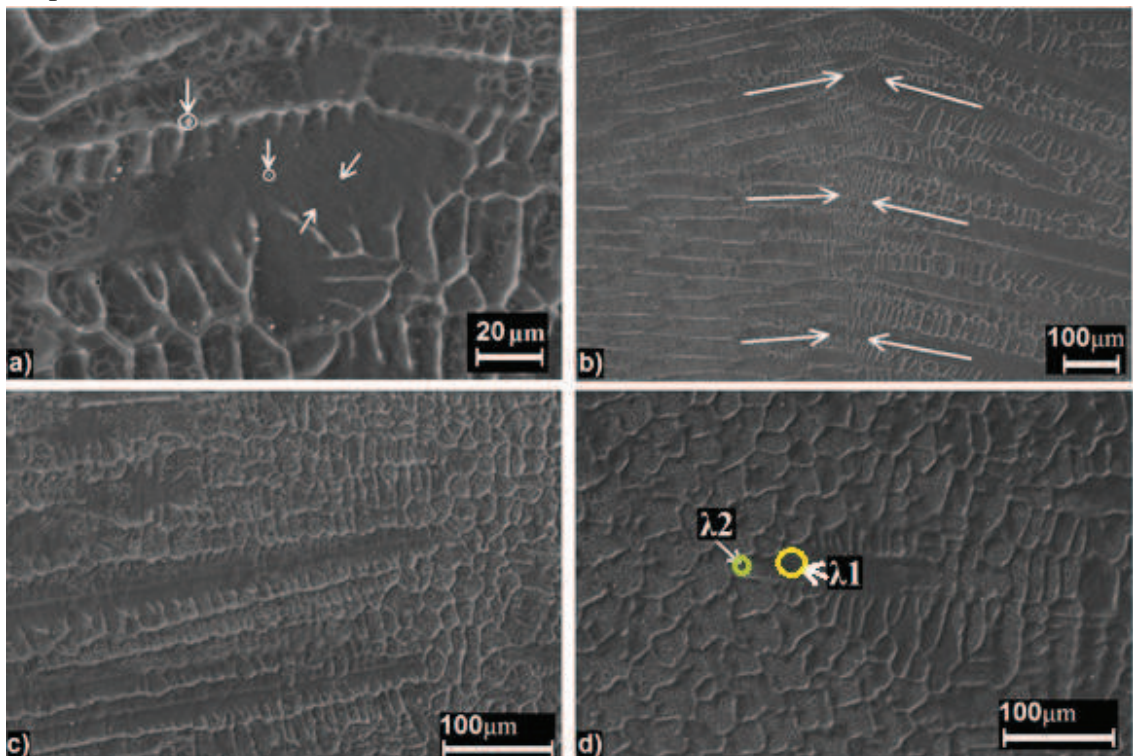
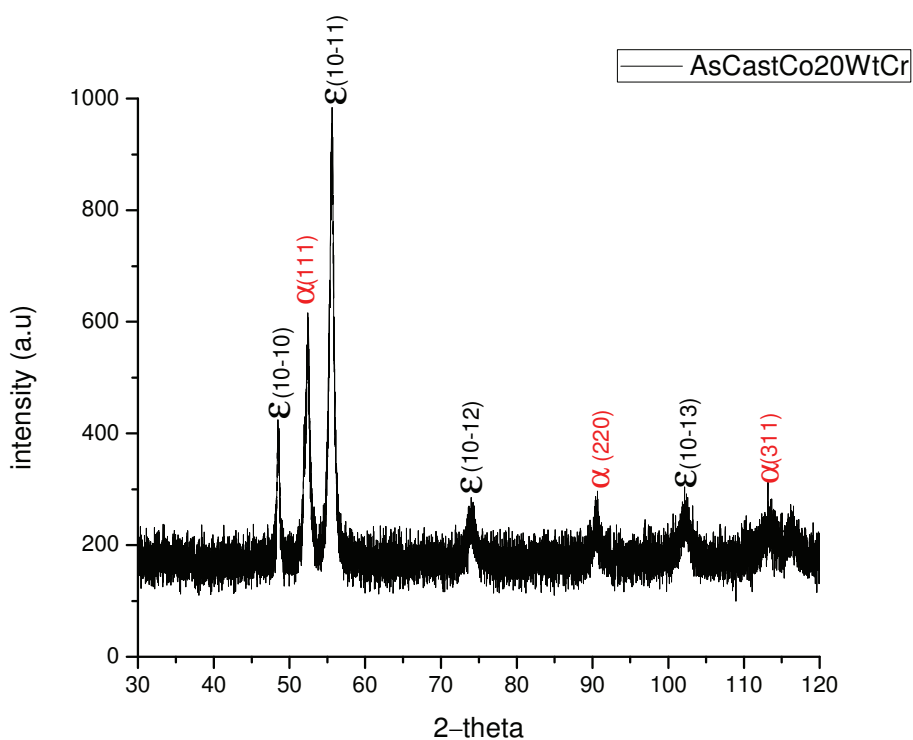


Figura 42. Micrografías de muestra de colada Co-20%pesoCr (a hasta d) tomada a diferentes aumentos por MEB con señal de electrones secundarios (SE por sus siglas en ingles).

ocasionada por el enfriamiento rápido del molde. Adicionalmente se observa la presencia de precipitados de color blanco, localizados preferencialmente en los límites de los brazos dendríticos secundarios, también se detecta la presencia de precipitados esféricos de color negro. Se puede observar el frente de solidificación y de acuerdo a la formación de las dendritas intuir la dirección del flujo de calor (figura 42b). Las dimensiones de λ_1 (radio de brazo primario de la dendrita indicado por círculo amarillo en fig. 42 d) y λ_2 (radio de brazo secundario de la dendrita indicado por círculo verde en fig. 42 d) son 5.6×10^{-2} mm, 2.8×10^{-2} mm respectivamente y el espaciamiento interdendrítico es de $2.5 \mu\text{m}$ a los cuales se hace referencia en la figura 42d.

3.1.2. Rayos X

En gráfica 1 se muestra el patrón de difracción de RX correspondiente a la muestra de colada. Se observan los picos de difracción en 48.42° , 55.55° , 73.95° y 102.23° para valores de 2θ , los cuales corresponden a los planos (10-10), (10-11), (10-12) y (10-13) para la estructura hcp ϵ -Co. Y los picos de difracción en 52.30° , 90.59° , 113.37° para valores de 2θ , los cuales corresponden a los planos (111), (220) y (311) para la estructura fcc α -Co. La radiación usada para todas las pruebas fue Co-K α ($\lambda=1.7903000$ A).



Grafica 1. Patrón de difracción de RX de la muestra de colada de la aleación Co-20% en peso Cr.

1.3 Tensión

De la prueba de tensión uniaxial a la probeta de colada resultó la gráfica que se muestra en la Figura 43a, se obtuvo un esfuerzo a la cedencia de aproximadamente 150 Mpa, módulo de Young de 13 Gpa, y una deformación máxima de 4.4%. La Figura 43b muestra la superficie de la fractura, imagen obtenida por MEB, en la que se aprecia el frente de solidificación en posición horizontal con respecto a la imagen, se puede notar que la fractura fue limpia y con pocos precipitados por lo que se ve que fue por una fractura frágil en el límite de la dendrita.

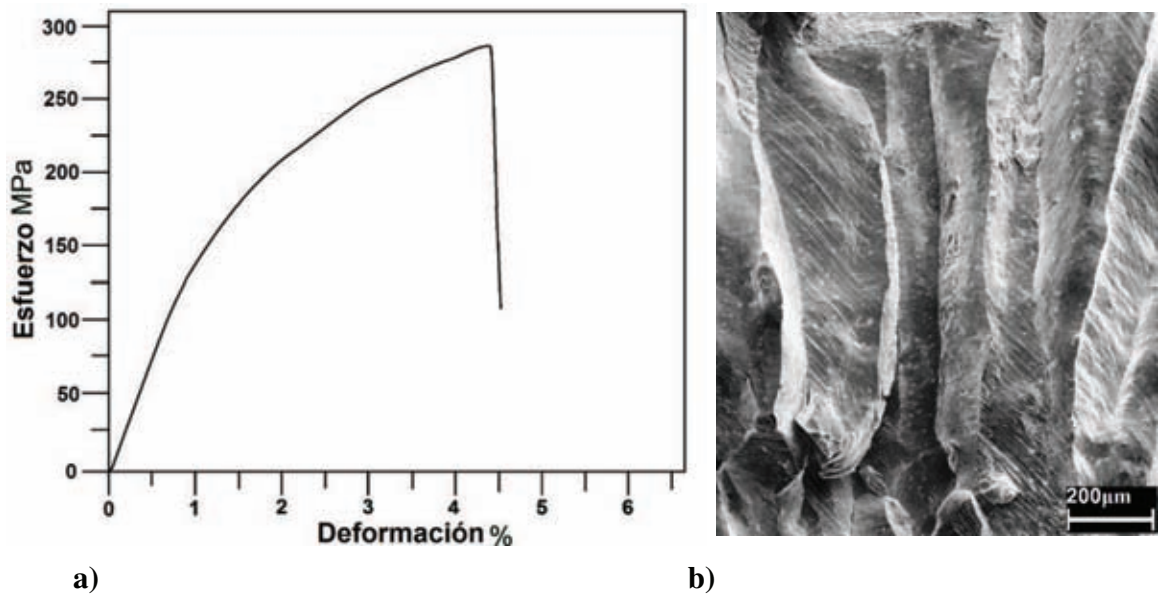


Figura 43. a) Gráfica Esfuerzo-Deformación de muestra de colada Co-20% en peso Cr, b) Fractografía de colada tomada por MEB con señal SE.

3.2 Muestra con tratamiento térmico 1

En el tratamiento térmico 1 se encapsuló una muestra de la aleación de colada Co-20% en peso Cr en un tubo de cuarzo, se realizó vacío y se selló. La muestra fue tratada térmicamente (TT) dentro de la cápsula, en un horno de resistencias eléctricas incrementando desde la temperatura ambiente hasta 1050°C permaneciendo a esta temperatura durante 1 hora. Una vez concluido el tiempo de tratamiento, se retiró la muestra del horno enfriándola directamente al aire, todo lo anterior sin sacarla de la capsula. Una vez que la muestra se encontraba a temperatura ambiente la cápsula se abrió y se tomó la muestra para su preparación y caracterización. En la figura 44 se muestra un esquema del tratamiento térmico descrito con respecto al diagrama de fases Co-Cr.

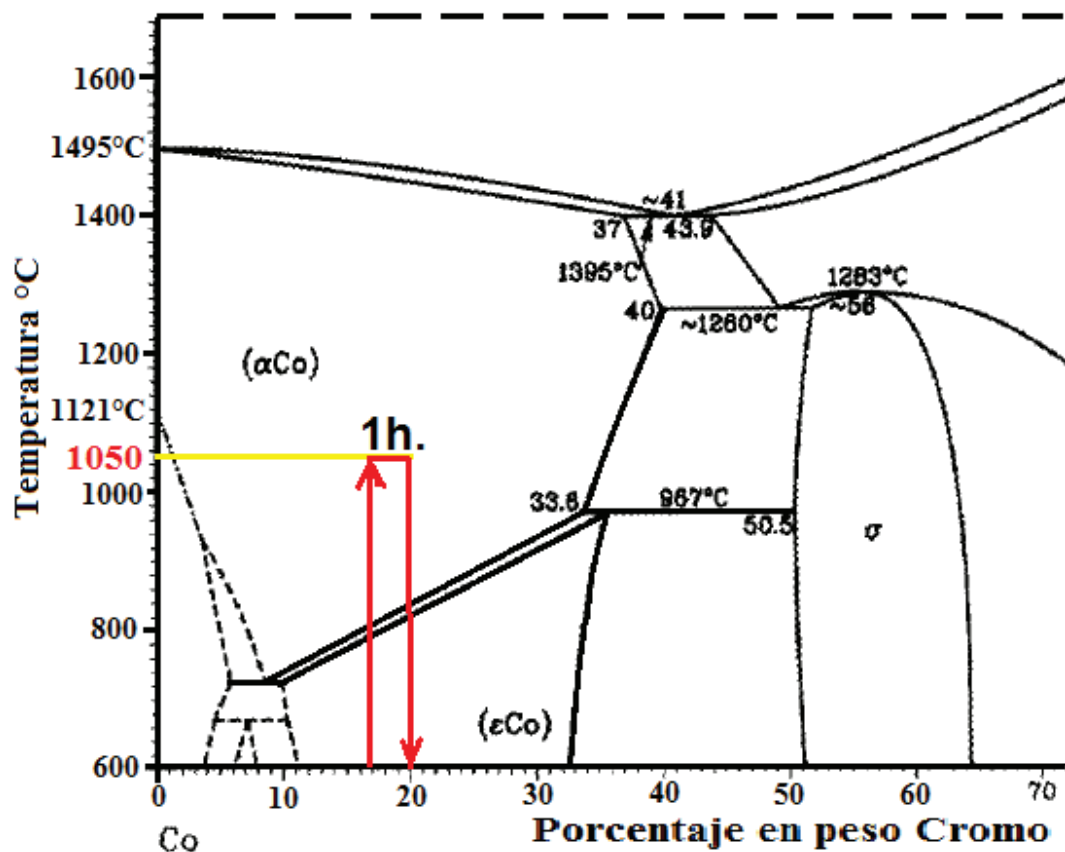


Figura 44. Esquema de tratamiento térmico 1, recorte tomado del diagrama desarrollado por [28].

3.2.1. Microscopia Electrónica de Barrido

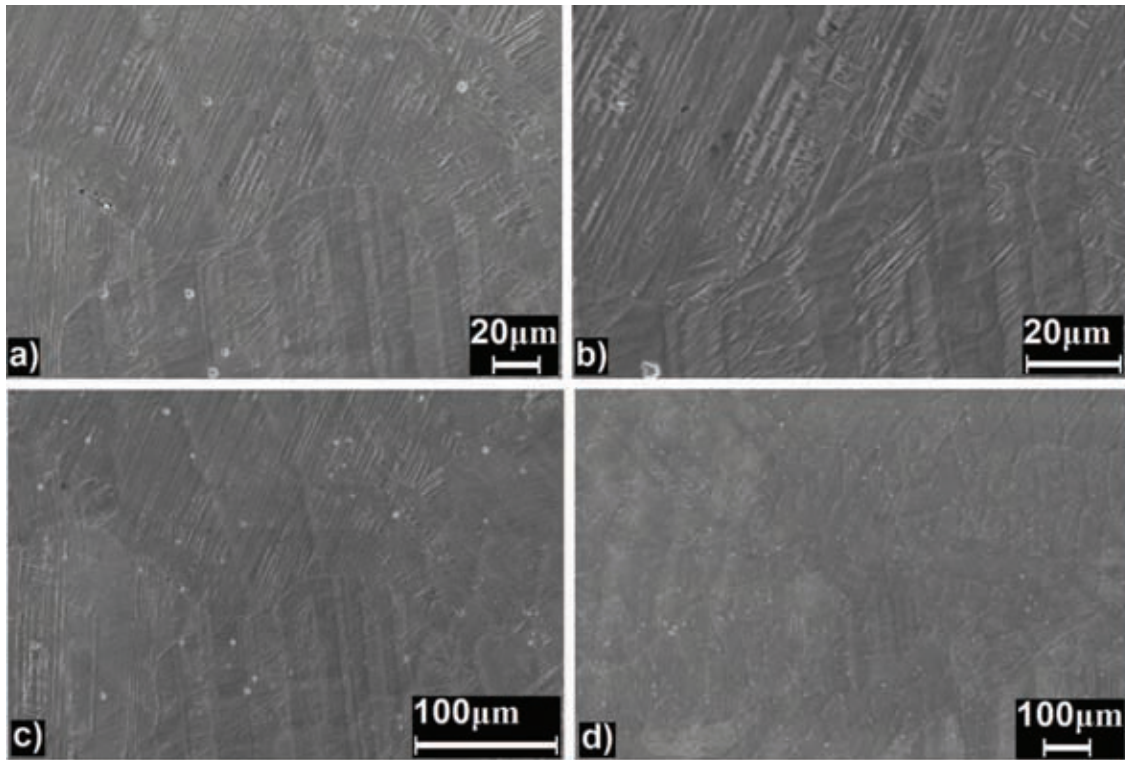


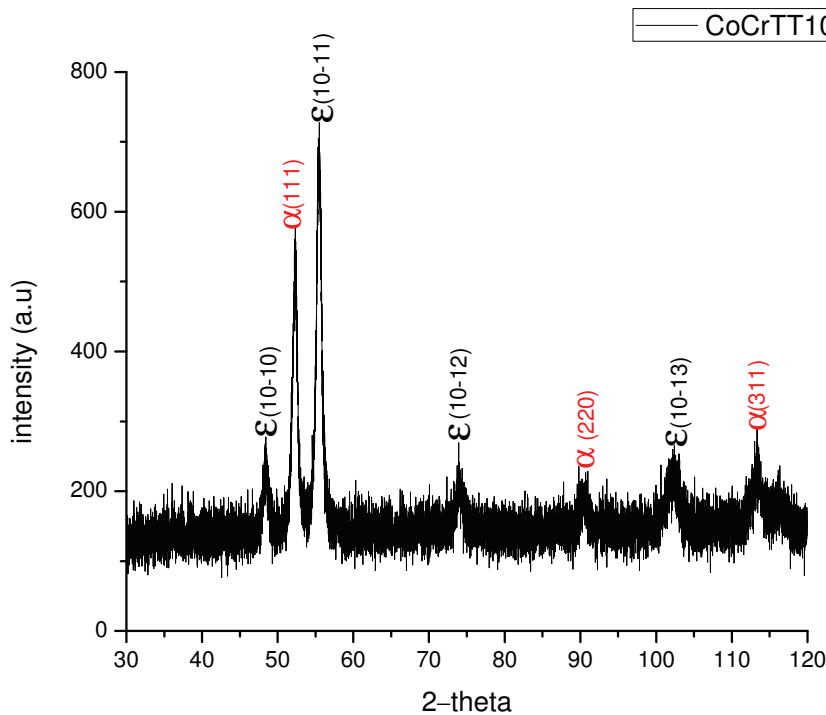
Figura 45. Micrograffías de muestra TT a 1050°C por 1 hora y enfriada al aire (a hasta d) tomada a diferentes aumentos por MEB con señal SE.

Como podemos observar la dendritas se han desvanecido y el frente de solidificación ya no es visible (fig. 45d). Se observan precipitados esféricos blancos que simplemente son los que crecieron de la condición de colada y algunos nuevos (fig. 45c). Se observan también fallas de apilamiento [1] a un ángulo aproximado de 45° con respecto a la horizontal y en una zona cambian ligeramente de orientación con respecto a una especie de límite que se comienza a formar en la parte media de la imagen (fig.45b) posiblemente un límite entre fallas de apilamiento que si se aumentara el tiempo de tratamiento bien podría ser un límite de grano. Se puede apreciar claramente el crecimiento de la fase ϵ -Co hcp que comenzó a nuclear sobre las fallas de apilamiento (fig. 45a y 45b) con una

orientación perpendicular a las mismas, el mecanismo de transformación es martensítico isotérmico, al tratarse de un enfriamiento al aire e inicia en las fallas de apilamiento las cuales nos dan indicio de la presencia de fase fcc α -Co (metaestable) la cual no es visible en estas micrografías pero se puede detectar en los patrones de rayos X.

3.2.2. Rayos X

En el patrón de difracción de RX correspondiente a la muestra tratada térmicamente a 1050°C durante 1 hora (Gráfica 2), podemos observar la presencia de la estructura hcp ϵ -Co en los picos de difracción con valores 2θ de 48.42°, 55.55°, 73.95° y 102.23°, los cuales corresponden a los planos (10-10), (10-11), (10-12) y (10-13) respectivamente. Y los picos de difracción en 52.30°, 90.59°, 113.37° para valores de 2θ , los cuales corresponden a los planos (111), (220) y (311) para la estructura fcc α -Co.



Grafica 2. Patrón de difracción de RX de la muestra TT a 1050°C por 1h enfriada al aire, de la aleación Co-20% en peso Cr.

3.2.3 Tensión

De la prueba de tensión uniaxial a la probeta tratada térmicamente a 1050 °C durante una hora y enfriada al aire, resultó la gráfica que se muestra en la Figura 46a, se obtuvo un esfuerzo a la cedencia aproximado de 170 Mpa, módulo de Young de 12 Gpa, y una deformación máxima de 8.3%. La Figura 46b muestra la superficie de la fractura, imagen obtenida por MEB, en la que se aprecia el frente de solidificación en posición vertical con respecto a la imagen, se puede notar que la fractura fue limpia y con pocos precipitados por lo que se ve que fue por fractura frágil aunque hay presencia de zonas con efecto de desgarre similar a una fractura dúctil.

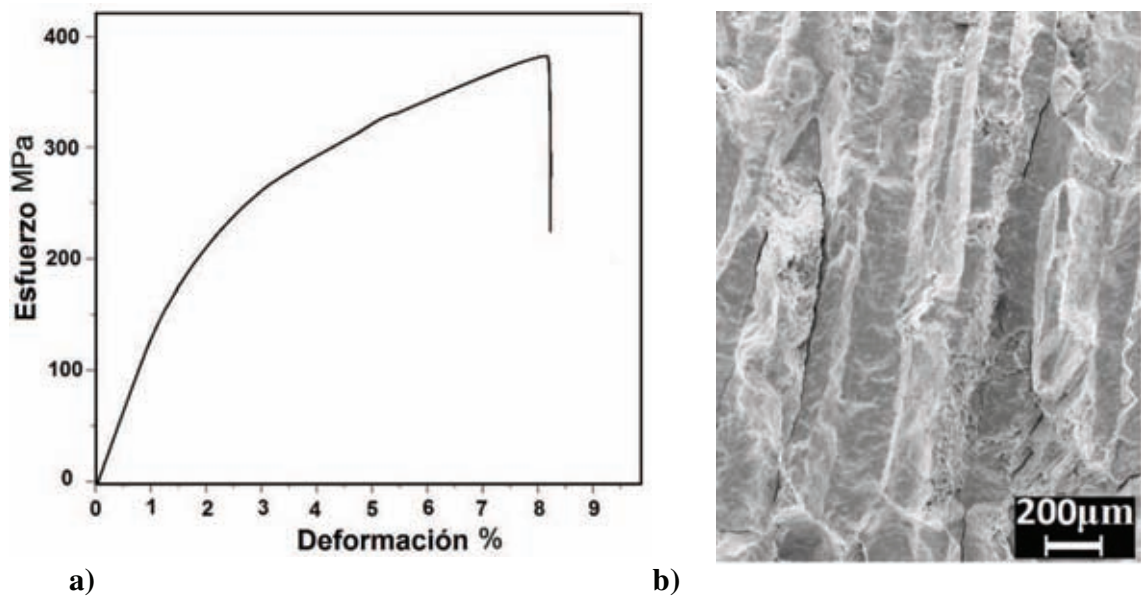


Figura 46. a) Gráfica Esfuerzo-Deformación y b) Fractografía por MEB con señal SE de la muestra TT a 1050°C durante 1 hora y enfriada al aire.

3.3 Muestra con tratamiento térmico 2

Para llevar a cabo este tratamiento primeramente se encapsuló una muestra de la aleación de colada Co-20% en peso Cr, se realizó vacío antes de sellar para evitar impurezas durante el tratamiento. La capsula fue tratada térmicamente en un horno de resistencias eléctricas elevando la temperatura a 1050°C permaneciendo a esta temperatura durante tres horas, posteriormente retiramos la muestra del horno enfriándola directamente al aire sin sacarla aun de la capsula. Una vez que la muestra se encontraba a temperatura ambiente la capsula se abrió y tomamos la muestra para su preparación y caracterización. En la figura 47 se muestra un esquema del tratamiento térmico descrito con respecto al diagrama de fases Co-Cr.

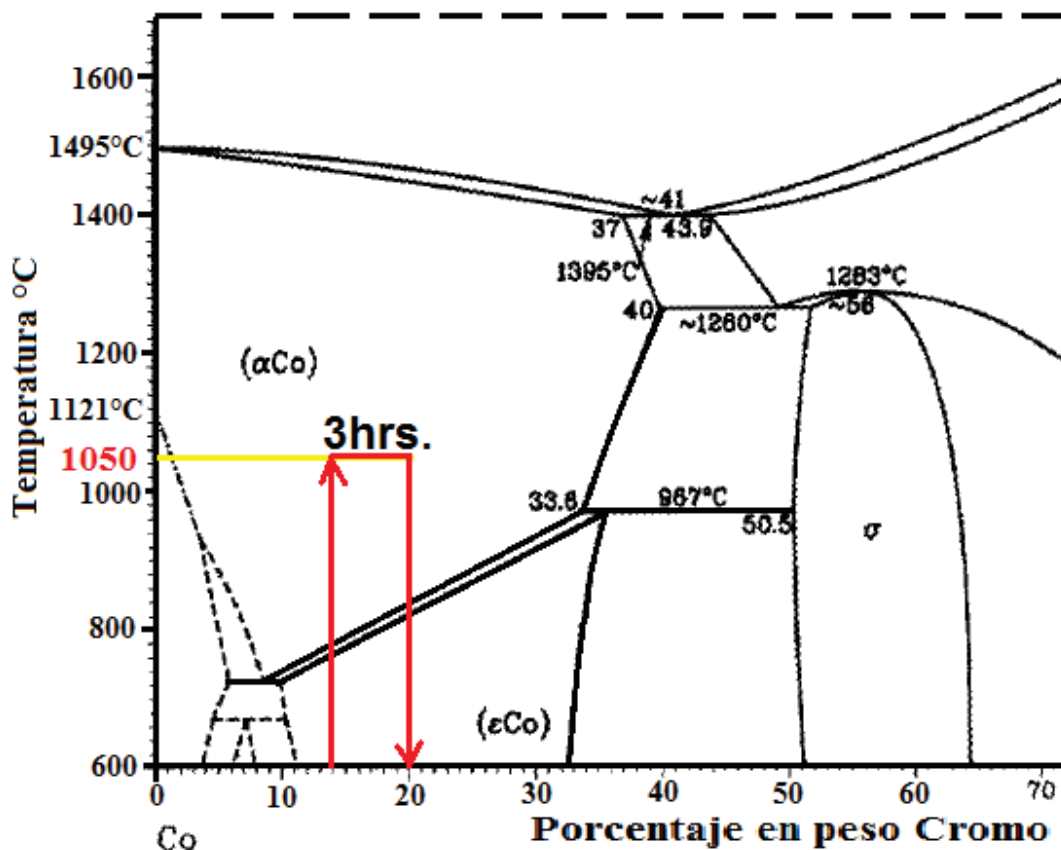


Figura 47. Esquema de tratamiento térmico 2, recorte tomado del diagrama desarrollado por [28].

3.3.1. Microscopia Electrónica de Barrido

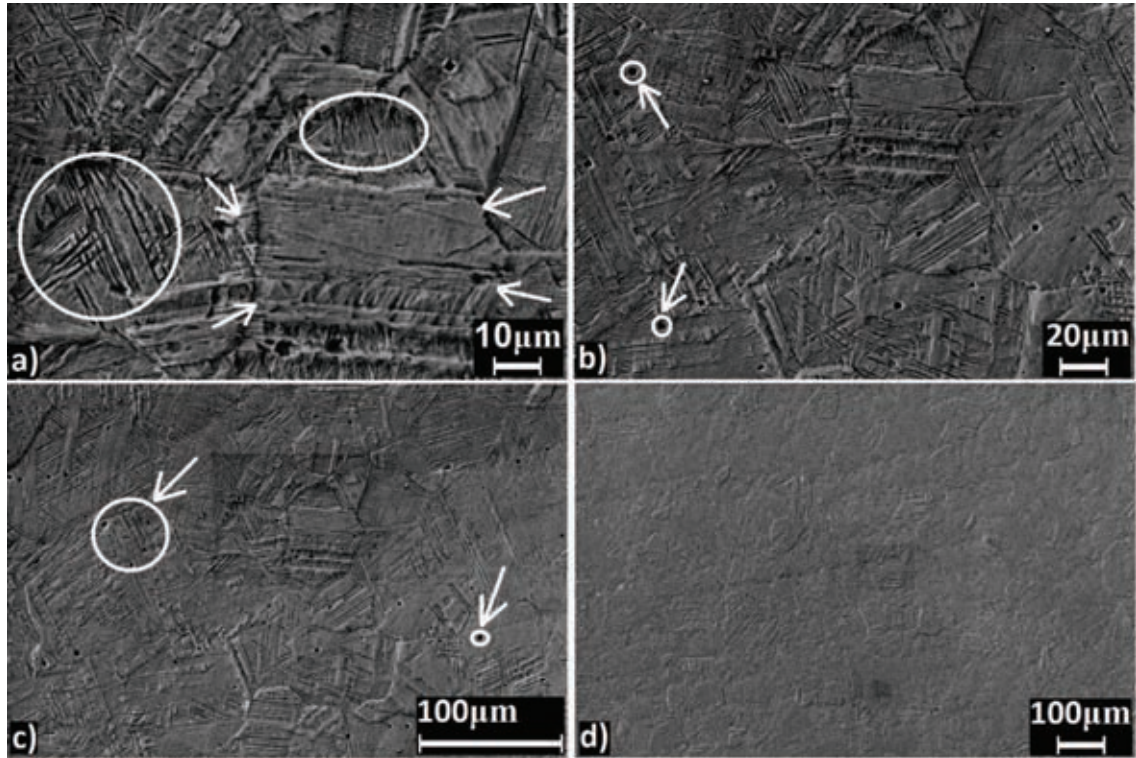


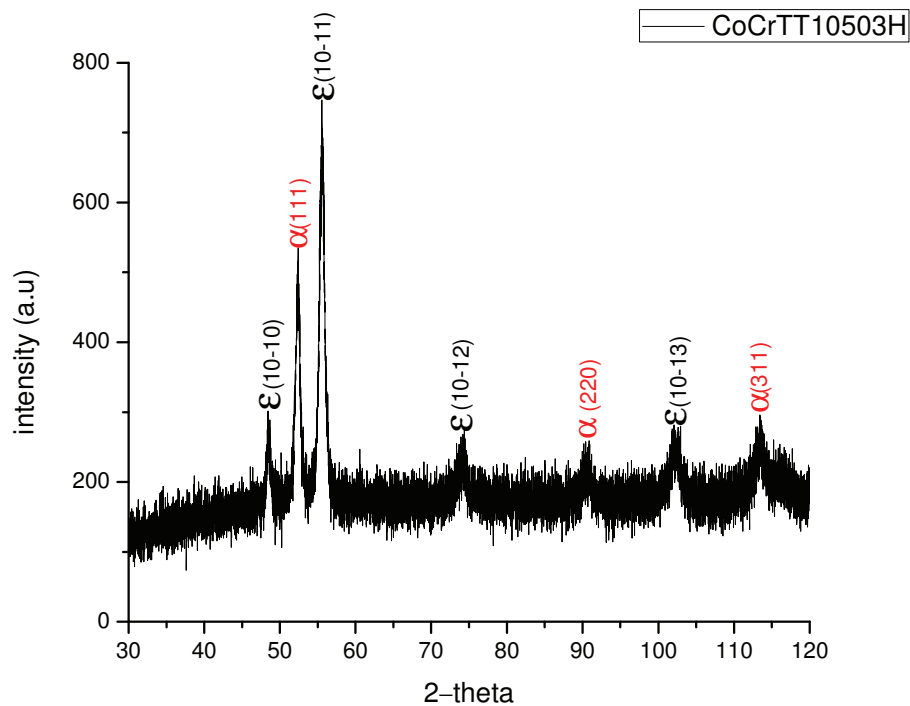
Figura 48. Micrografías de muestra TT a 1050°C por 3 horas y enfriada al aire (**a** hasta **d**) tomada a diferentes aumentos por MEB con señal SE.

A la temperatura de 1150°C y después de 3 horas, como se puede observar en la figura 48d, se ha roto por completo el frente de solidificación para dar paso a la formación de pequeños granos. Se observa como la fase ϵ -Co hcp ha crecido hasta formar regiones que bien pueden ser granos de martensita isotérmica como el que se señala con flechas blancas (fig. 48a), aunque en la parte superior de ese mismo grano se alcanza a observar una parte con lo que por la morfología parece ser martensita atérmica formada durante el enfriamiento (indicada con la elipse blanca). Se observan también precipitados negros

(fig. 48b y 48c) que no se observaron en la probeta tratada durante una hora. En las regiones estriadas aún se observa cómo crece la martensita y también zonas sin estriado que ya fueron cubiertas, claro que este estriado, como ya se mencionó anteriormente, es debido a las fallas de apilamiento en la matriz de fase fcc α -Co (metaestable).

3.3.2. Rayos X

En la muestra tratada térmicamente a 1050°C durante 3 horas, se observa el patrón de difracción de RX de la gráfica con los picos de difracción en 48.42°, 55.55°, 73.95° y 102.23° para valores de 2θ , cada uno corresponde a los planos (10-10), (10-11), (10-12) y (10-13) que son planos de la fase hcp ϵ -Co. Dentro de los datos sobresalientes en este patrón también se encuentran los picos de difracción en 52.30°, 90.59°, 113.37° para valores de 2θ , los cuales corresponden a los planos (111), (220) y (311) que son planos de la fase fcc α -Co.



Grafica 3. Patrón de difracción de RX de la muestra TT a 1050°C por 3hrs. enfriada al aire, de la aleación Co-20% en peso Cr.

3.3.3 Tensión

De la prueba de tensión uniaxial a la probeta tratada térmicamente a 1050 °C durante tres horas y enfriada al aire, resultó la gráfica que se muestra en la Figura 49a, se obtuvo una resistencia a la cedencia de 180 Mpa, módulo de Young de 15 Gpa, y una elongación máxima de 9.5%. La Figura 49b muestra la superficie de la fractura, imagen obtenida por MEB, en la que se aprecia el frente de solidificación en posición horizontal con respecto a la imagen, se puede notar que la fractura fue limpia y con pocos precipitados por lo que se ve que fue por fragilización (fractura frágil) en el límite de la dendrita.

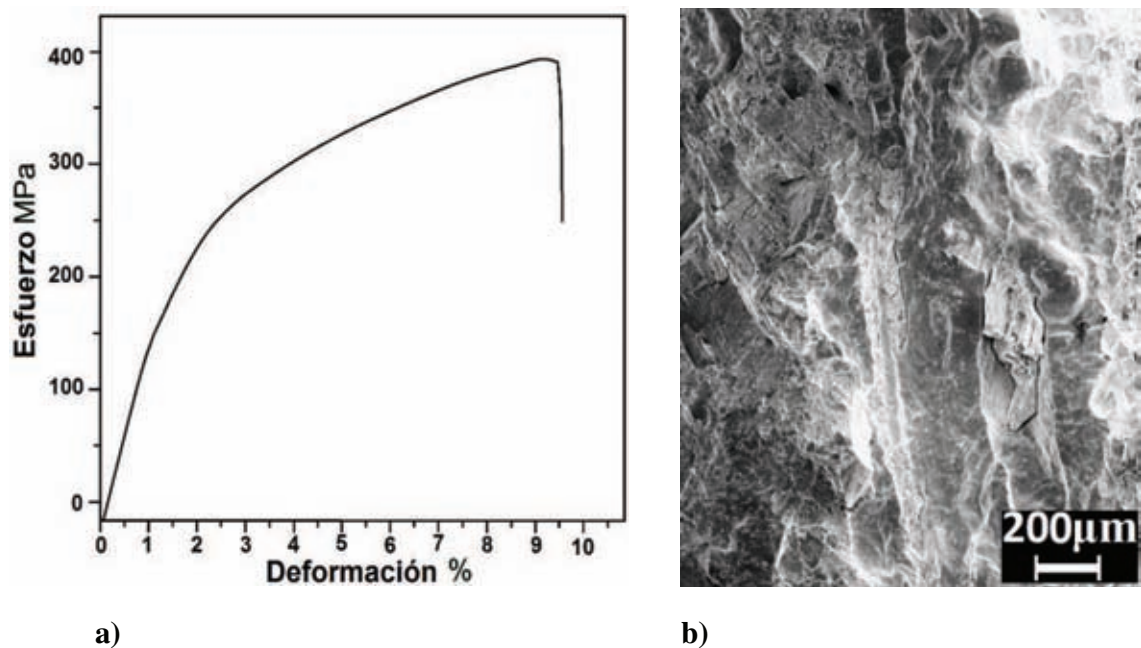


Figura 49. a) Gráfica Esfuerzo-Deformación y b) Fractografía por MEB con señal SE de la muestra TT a 1050°C durante 3 horas y enfriada al aire.

3.4 Muestra con tratamiento térmico 3

Nuevamente, partiendo de una muestra de la aleación de colada Co-20% en peso Cr, se encapsuló en cuarzo haciendo vacío para evitar impurezas y posteriormente sellándola. Este tratamiento térmico 3 se realizó en un horno de resistencias eléctricas incrementando desde la temperatura ambiente hasta 900°C permaneciendo a esta temperatura durante una hora, posteriormente retiramos la muestra del horno enfriándola directamente al aire. Cuando el tratamiento finalizó se expuso la capsula al aire, una vez que la muestra se encontraba a temperatura ambiente la capsula se abrió y tomamos la muestra para su preparación y caracterización. En la figura 50 se muestra un esquema del tratamiento térmico descrito con respecto al diagrama de fases Co-Cr.

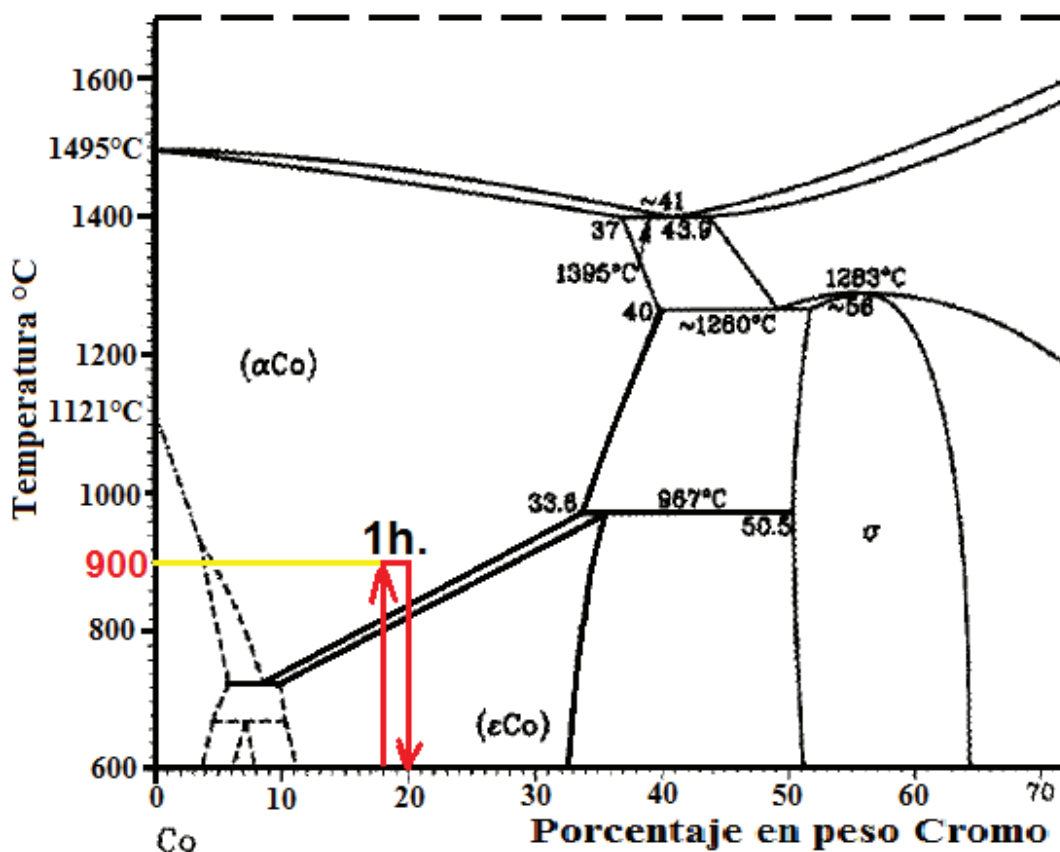


Figura 50. Esquema de tratamiento térmico 3, recorte tomado del diagrama desarrollado por [28].

3.4.1. Microscopia Electrónica de Barrido

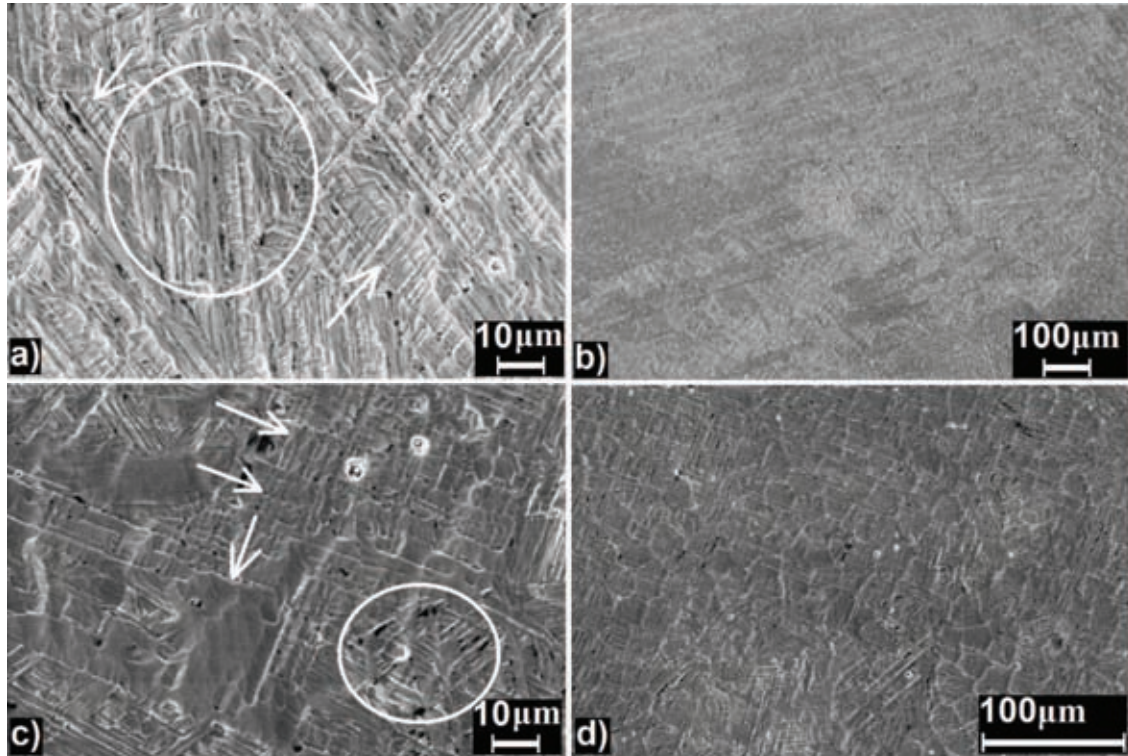


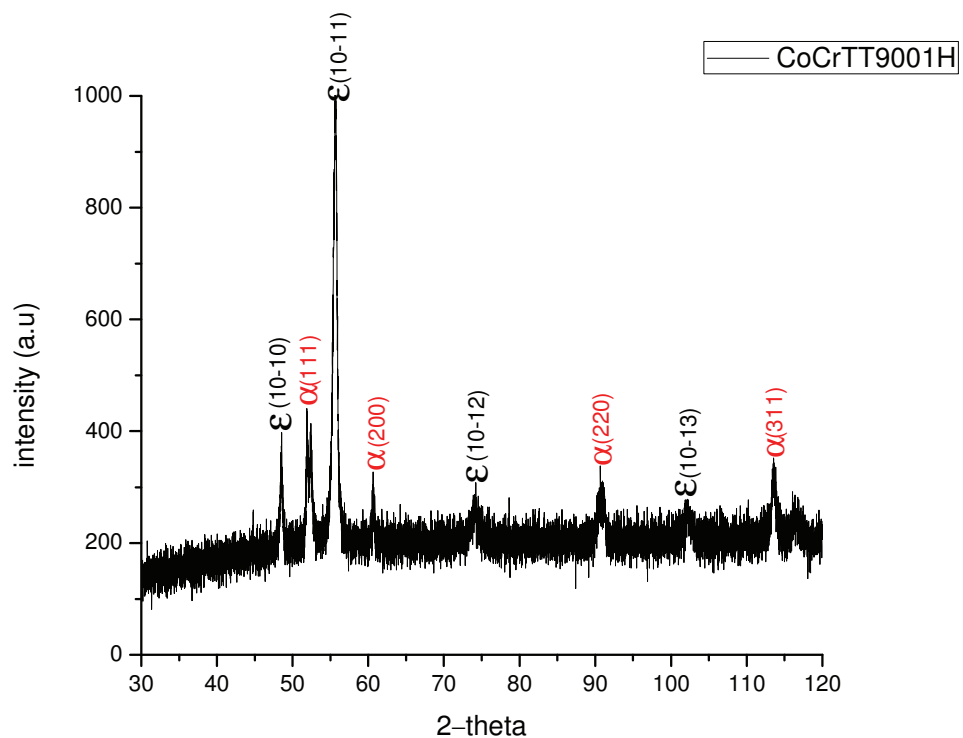
Figura 51. Micrografías de muestra TT a 900°C por 1 hora y enfriada al aire (a hasta d) tomada a diferentes aumentos por MEB con señal SE.

En estas imágenes se pueden observar placas completas de martensita isotérmica (fig. 51c) y regiones de menor tamaño que continúan creciendo aunque en la parte inferior se puede ver una zona de estriado muy pequeña y la imagen a) indicada por las flechas negras se muestra el estriado mayor siendo clara evidencia de la fase α -Co(metaestable) en la que se han desarrollado las fallas sobre las que nucleó la fase ϵ -Co hcp martensítica pero que como se verá más adelante en el patrón difracción de rayos X se ve un ligero incremento de la fase fcc que no es visible en estas imágenes, al centro de esta misma imagen se aprecia que la fase ϵ -Co hcp martensítica ha crecido más en esta zona. En las

imágenes 51b y 51d se logra apreciar cómo se ha desvanecido la estructura dendrítica y aunque en la imagen 51d se ve unas tenues marcas similares a límites de grano no es más que un efecto del ataque químico pero no representa ningún límite como podría pensarse en primera instancia. Una característica sobresaliente en la microestructura de este tratamiento es la poca cantidad de precipitados y solo se trata de precipitados blancos.

3.4.2. Rayos X

A continuación se presenta la gráfica 4 del patrón de difracción de RX correspondiente a la muestra tratada térmicamente a 900°C durante 1 hora. En este patrón encontramos los picos de difracción en 48.42°, 55.55°, 73.95° y 102.23° para valores de 2θ , que son ángulos de los planos (10-10), (10-11), (10-12) y (10-13) correspondientes a la estructura hcp ϵ -Co. Otro resultado que arroja este patrón, son los picos de difracción en 52.30°, 90.59°, 113.37° para valores de 2θ , los cuales corresponden a los planos (111), (220) y (311) que hacen referencia a una estructura fcc α -Co.



Grafica 4. Patrón de difracción de RX de la muestra TT a 900°C por 1h enfriada al aire, de la aleación Co-20% en peso Cr.

3.4.3 Tensión

De la prueba de tensión uniaxial a la probeta con TT a 900°C durante 1 hora y enfriada al aire, resultó la gráfica que se muestra en la Figura 52a, se obtuvo una resistencia a la cedencia de 175 Mpa, módulo de Young de 8 Gpa, y una elongación máxima de 15.8%. La Figura 52b muestra la superficie de la fractura, imagen obtenida por MEB, en la que se aprecia cómo ha cambiado la estructura dendrítica y esto nos da una fractura dúctil, se puede notar que la fractura fue limpia y con algunas posibles cavidades.

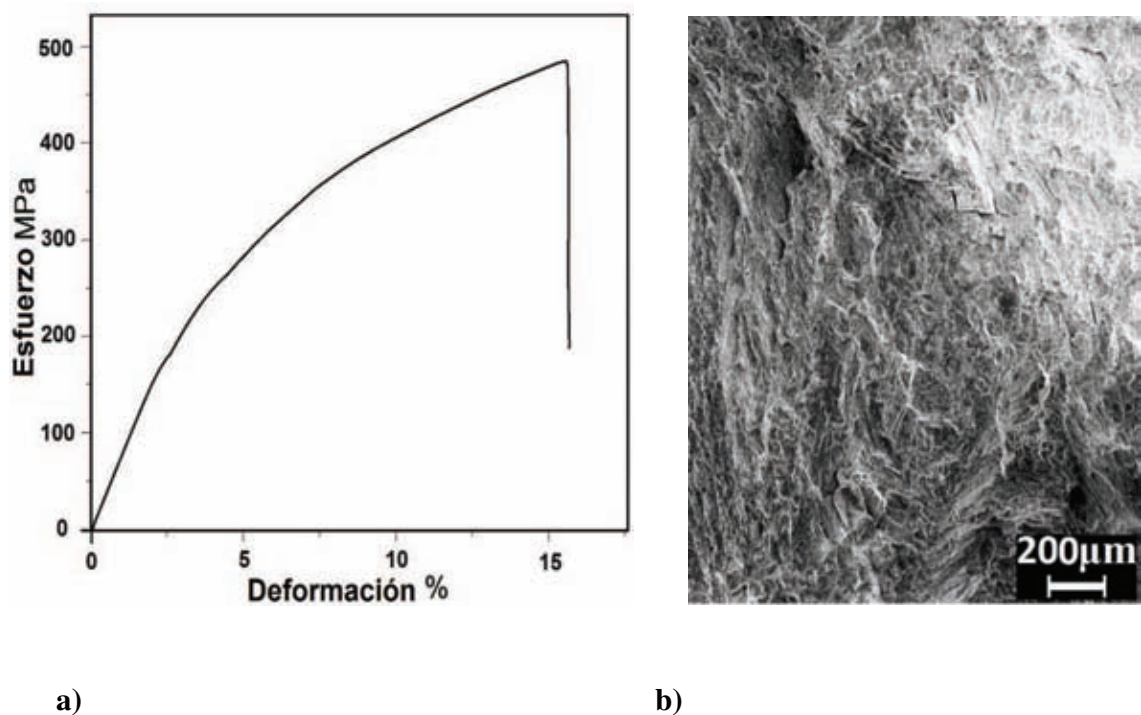


Figura 52. a) Gráfica Esfuerzo-Deformación y b) Fractografía por MEB con señal SE de la muestra TT a 900°C durante 1h y enfriada al aire.

3.5 Muestra con tratamiento térmico 4

El tratamiento térmico 4 también consistió del encapsulado previo de la muestra de colada Co-20% en peso Cr, colocada dentro de un tubo de cuarzo al cual se le realizó vacío antes de sellarlo. La muestra dentro de la capsula fue tratada térmicamente en un horno de resistencias eléctricas, se elevó la temperatura desde temperatura ambiente hasta 900°C permaneciendo a esta temperatura durante 3 horas, posteriormente retiramos la capsula del horno enfriándola directamente al aire. Una vez que la muestra se encontraba a temperatura ambiente la capsula se abrió y tomamos la muestra para su preparación y caracterización. En la figura 53 se muestra un esquema del tratamiento térmico descrito con respecto al diagrama de fases Co-Cr.

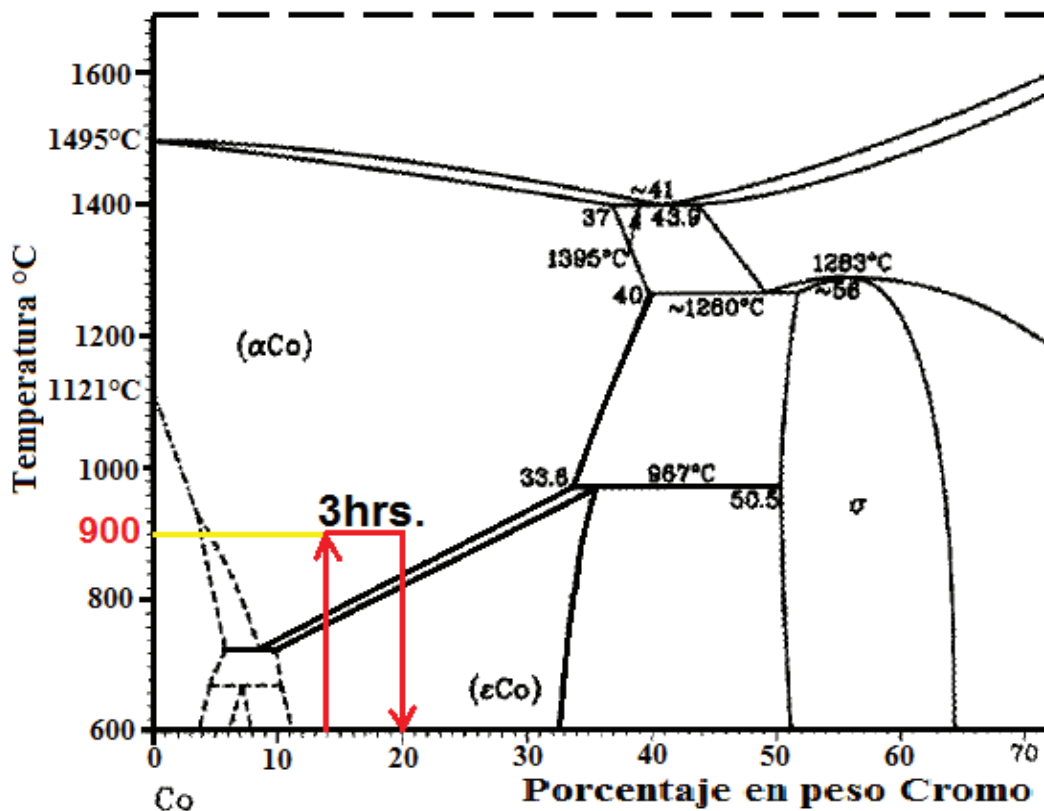


Figura 53. Esquema de tratamiento térmico 4, recorte tomado del diagrama desarrollado por [28].

3.5.1. Microscopia Electrónica de Barrido

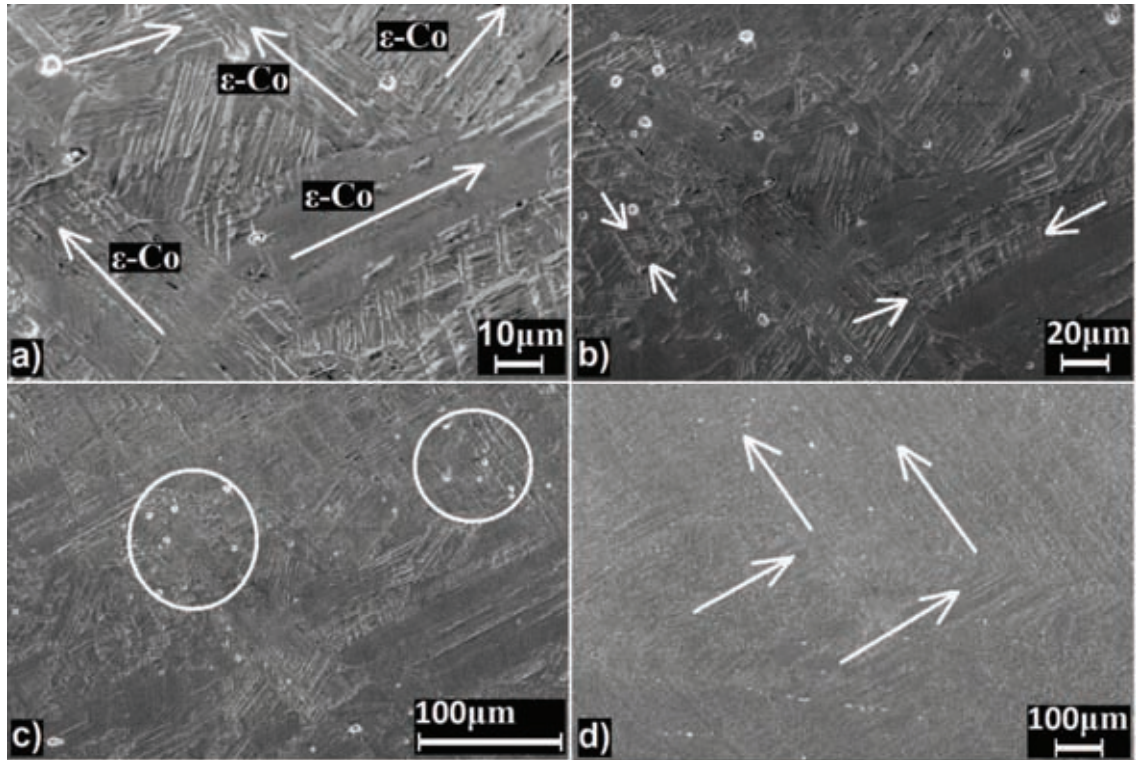


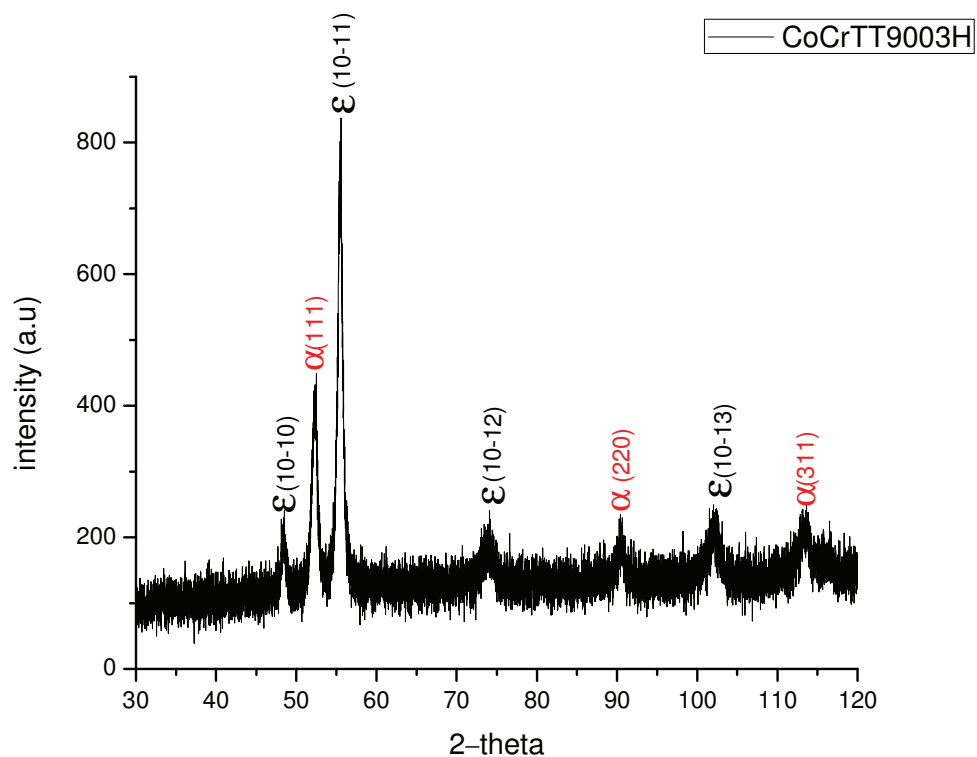
Figura 54. Micrografías de muestra TT a 900°C por 3 horas y enfriada al aire (a hasta d) tomada a diferentes aumentos por MEB con señal SE.

Primeramente se observa en la imagen 54d que hay un cambio de sentido en las marcas lineales (que pueden ser relacionadas al sentido de crecimiento de la fase hcp) que se da en la parte media de la imagen lo cual podría ser un antiguo límite de dendrita en el que ahora ha cambiado el sentido de formación de la martensita con respecto a la de la parte superior, parece ser que el sentido de inclinación es de izquierda a derecha. En la imagen 54c se aprecia claramente la aglomeración de precipitados blancos en dos zonas de la imagen primordialmente y que a juzgar por la imagen se trata de las zonas cercanas al

cambio de sentido de crecimiento de la fase hcp, por otro lado en las figuras 54a) y 54b) se observan por lo menos cuatro bandas de fase hcp martensita entrelazadas con sentido de inclinación distinta que ya se mencionó con anterioridad la causa del sentido distinto de crecimiento, además se ven pequeñas regiones de estrías y otras marcas que bien puede deberse a dislocaciones y otros defectos.

3.5.2. Rayos X

Después del análisis por RX, la muestra tratada térmicamente a 900°C durante tres horas presentó el patrón con los picos de difracción principales en 48.42°, 55.55°, 73.95° y 102.23° para valores de 2θ , que son debido a los planos (10-10), (10-11), (10-12) y (10-13) tal como se observan en la gráfica 5, correspondientes a una estructura hcp ϵ -Co. Otros picos de difracción importantes ubicados en 52.30°, 90.59°, 113.37° para valores de 2θ relacionados a los planos (111), (220) y (311) los cuales son planos de una estructura fcc α -Co.



Grafica 5. Patrón de difracción de RX de la muestra TT a 900°C por 3hrs. enfriada al aire, de la aleación Co-20% en peso Cr.

3.5.3 Tensión

De la prueba de tensión uniaxial a la probeta TT a 900°C durante tres horas y enfriada al aire resultó la gráfica que se muestra en la Figura 55a, se obtuvo una resistencia a la cedencia de 100 Mpa, módulo de Young de 6 Gpa, y una elongación máxima de 10%. La Figura 55b muestra la superficie de la fractura, imagen obtenida por MEB, en la que se aprecia la estructura de la fractura, se puede notar que la fractura presenta un efecto de clivaje al centro por lo que se ve que fue por fragilización (fractura frágil) comenzando desde el centro.

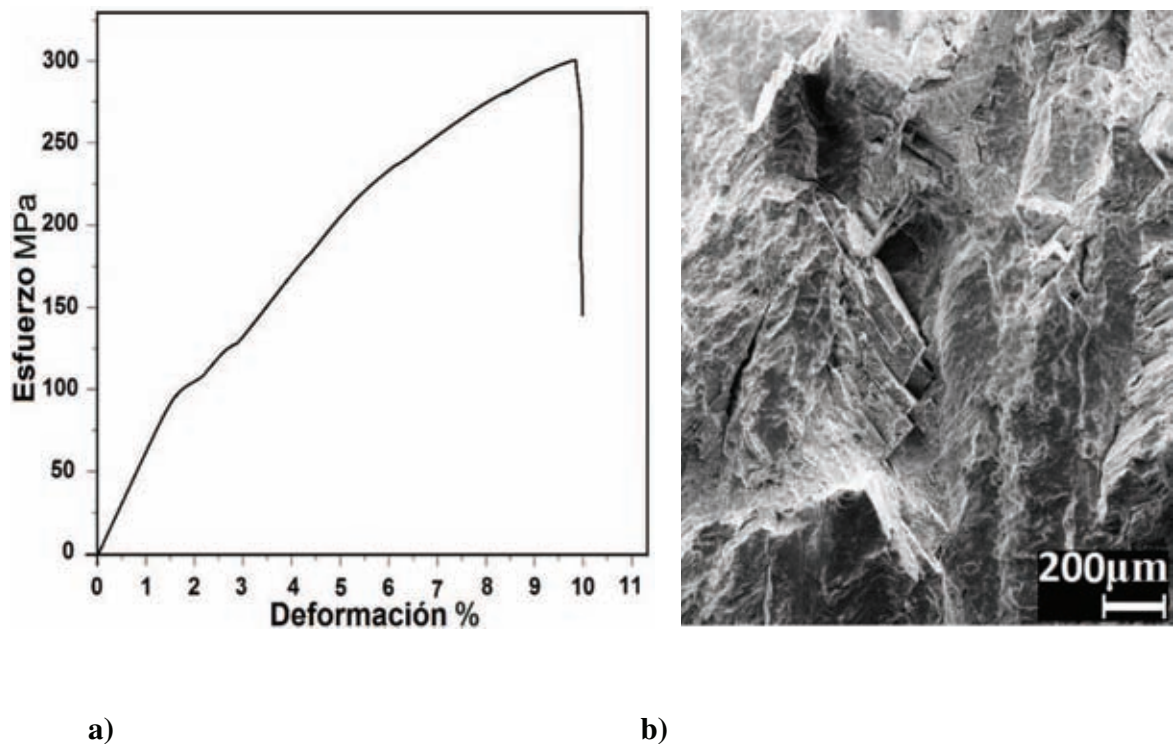


Figura 55. a) Gráfica Esfuerzo-Deformación y b) Fractografía por MEB con señal SE de la muestra TT a 900°C durante 3 horas y enfriada al aire.

3.6 Muestra con tratamiento térmico 5

En este caso también se tienen las precauciones que en los tratamientos anteriores, por lo que la muestra de colada se colocó en un tubo de cuarzo haciendo el vacío previo al sellado. El tratamiento térmico 5 se realizó en un horno de resistencias eléctricas partiendo de la temperatura ambiente hasta la temperatura de 750°C permaneciendo a esta temperatura durante una hora, cuando se cumplió la hora de tratamiento la capsula fue retirada del horno y se enfrió directamente al aire. Una vez que la muestra se encontraba a temperatura ambiente la capsula se abrió y tomamos la muestra para su preparación y caracterización. En la figura 56 se muestra un esquema del tratamiento térmico descrito con respecto al diagrama de fases Co-Cr.

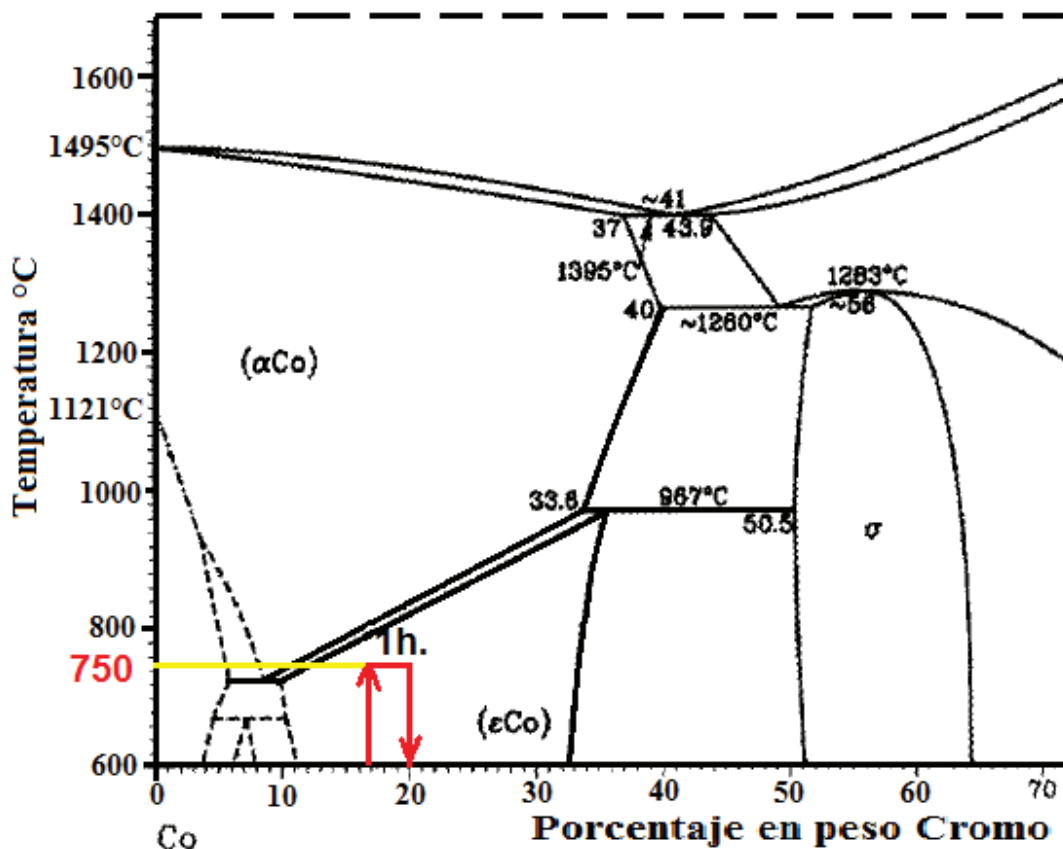


Figura 56. Esquema de tratamiento térmico 5, recorte tomado del diagrama desarrollado por [28].

3.6.1. Microscopia Electrónica de Barrido

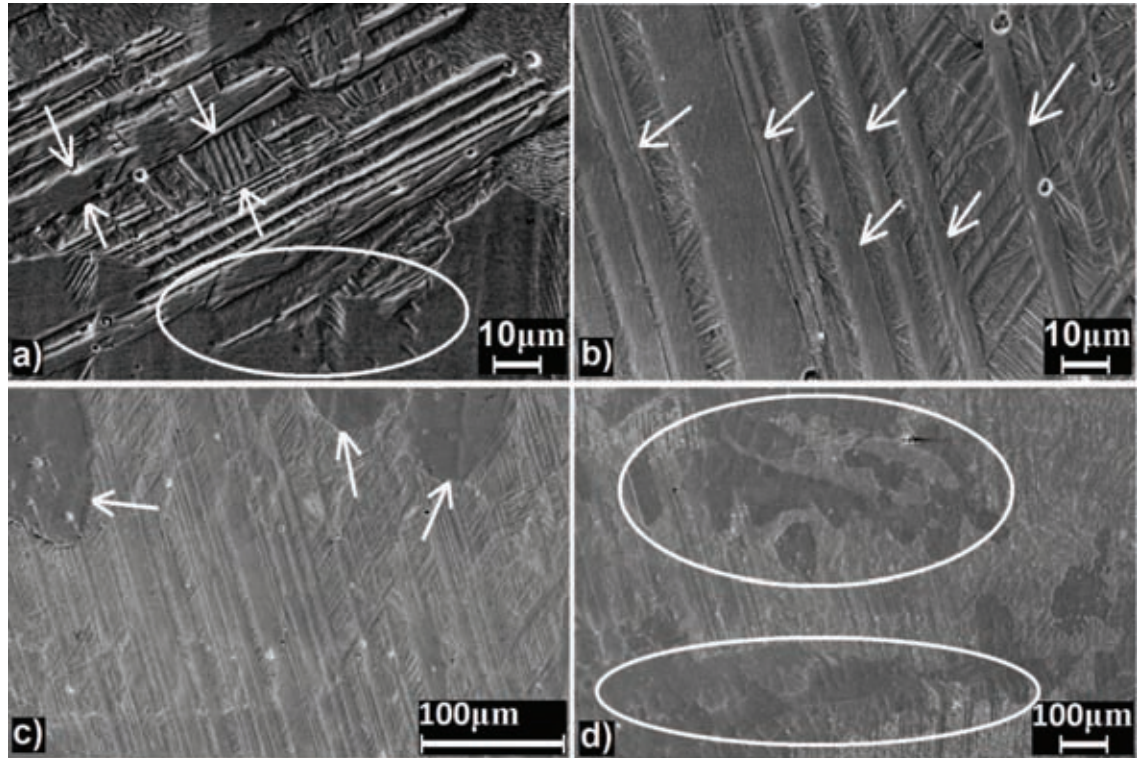


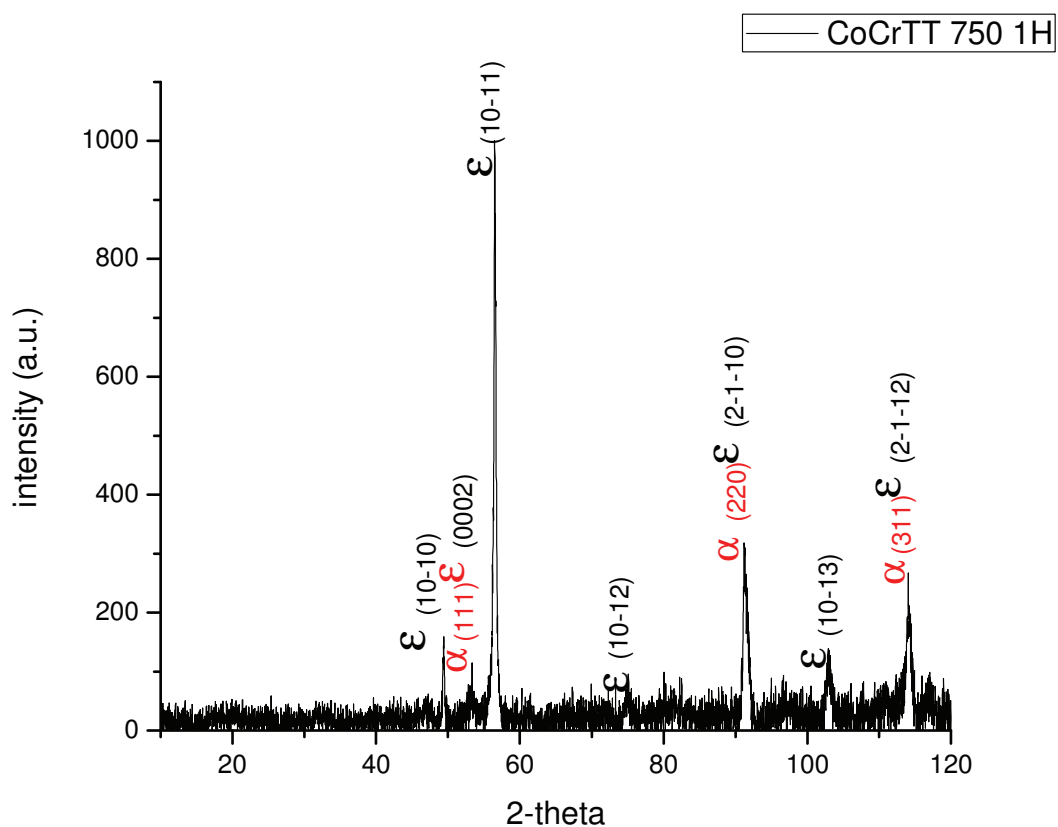
Figura 57. Micrografías de muestra TT a 750°C por 1 hora y enfriada al aire (a hasta d) tomada a diferentes aumentos por MEB con señal SE.

En la imagen 57a se observa una región en la que se distinguen claramente las fallas de apilamiento entre una serie de placas de martensita indicadas por las flechas blancas, que han crecido en dirección perpendicular a dichas fallas siendo algunas más delgadas que otras lo cual es por el tiempo de tratamiento relativamente corto que no dio tiempo a que incrementaran su tamaño, en la parte inferior se observa una región más homogénea que es la que ya ha sido cubierta por la martensita isotérmica, indicada por una elipse blanca. En la figura 57b se observa una gran cantidad de bandas hcp señaladas por flechas blancas, que a diferencia de las regiones homogéneas, la manera del entramado en la imagen promete buenos resultados en las pruebas restantes ya que no se unen en una sola

región pero bien pueden compartir sus efectos mediante el entramado de fallas que hay entre ellas y como se aprecia en las imágenes 57c y 57d siempre están ancladas a regiones más grandes y homogéneas de martensita como las que se señalan con flechas blancas en la fig.57c y por elipses blancas en la fig. 57d, en estas mismas imágenes se aprecian relativamente pocos precipitados. En la figura 57d se puede ver que las regiones homogéneas más grandes tienen una zona preferencial de crecimiento que al parecer concuerda con la región del brazo dendrítico primario de la muestra de colada y que si se aumenta el tiempo de tratamiento continuarían creciendo hasta formar granos. Aunque no es notorio en estas imágenes, hay que señalar que en la región menos homogénea donde se encuentran las bandas de martensita no solo existen fallas de apilamiento sino que de la mano vienen implícitas dislocaciones parciales y otros defectos que para lo que compete a este trabajo no se profundizara pero no por ello no se debe de estar consciente de su relevancia.

3.6.2. Rayos X

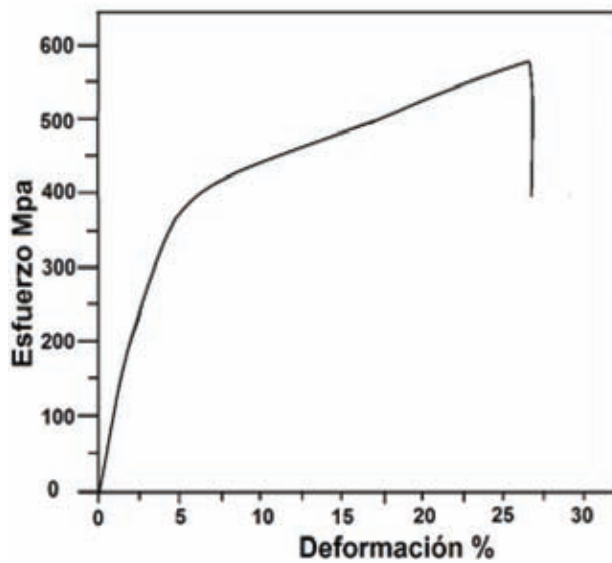
El patrón de difracción de RX correspondiente a la muestra tratada térmicamente a 750°C durante 1 hora, presenta los picos de difracción en 48.42°, 55.55°, 73.95° y 102.23° para valores de 2θ , los cuales son debido a los planos (10-10), (10-11), (10-12) y (10-13) que corresponden a una estructura hcp ϵ -Co. También se observan los picos de difracción en 52.30°, 90.59°, 113.37° para valores de 2θ , en este caso los planos son (111), (220) y (311) pertenecientes a una estructura fcc α -Co.



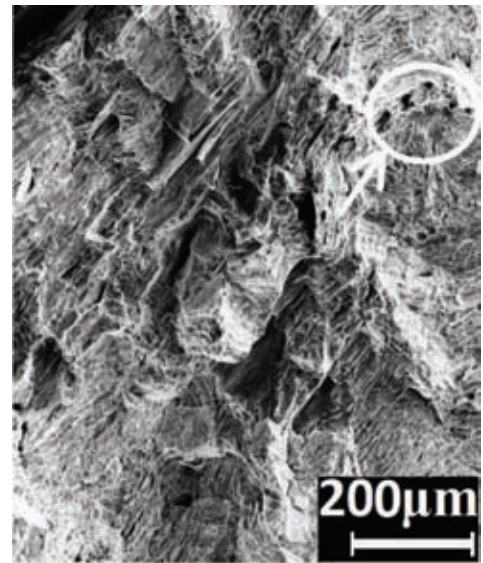
Grafica 6. Patrón de difracción de RX de la muestra TT a 750°C por 1hr enfriada al aire, de la aleación Co-20% en peso Cr.

3.6.3 Tensión

De la prueba de tensión uniaxial a la probeta TT a 750°C durante una hora y enfriada al aire resultó la gráfica que se muestra en la Figura 58a, se obtuvo una resistencia a la cedencia de 340 Mpa, módulo de Young de 12 Gpa, y una elongación máxima de 27%. La Figura 58b muestra la superficie de la fractura, imagen obtenida por MEB, en la que se aprecia un efecto de estriado debido a la fase hcp ϵ -Co, se puede notar que la fractura presenta también precipitados en la parte superior derecha y todo lo anterior es característica de una fractura dúctil.



a)



b)

Figura 58. a) Gráfica Esfuerzo-Deformación y b) Fractografía por MEB con señal SE de la muestra TT a 750°C durante 1 hora y enfriada al aire

3.7 Muestra con tratamiento térmico 6

Es importante mencionar que la muestra de colada se encapsuló al vacío en un tubo de cuarzo antes de iniciar el tratamiento, esto para evitar la oxidación principalmente. La muestra fue tratada térmicamente en un horno de resistencias eléctricas llevándola desde la temperatura ambiente hasta la temperatura de 750°C, permaneció a esta temperatura durante 3 horas, cuando el tratamiento terminó retiramos la capsula del horno enfriándola directamente al aire. Cuando la muestra llegó a la temperatura ambiente, la capsula finalmente fue abierta para retirar la muestra y comenzar su preparación y su posterior caracterización. En la figura 59 se muestra un esquema del tratamiento térmico descrito con respecto al diagrama de fases Co-Cr.

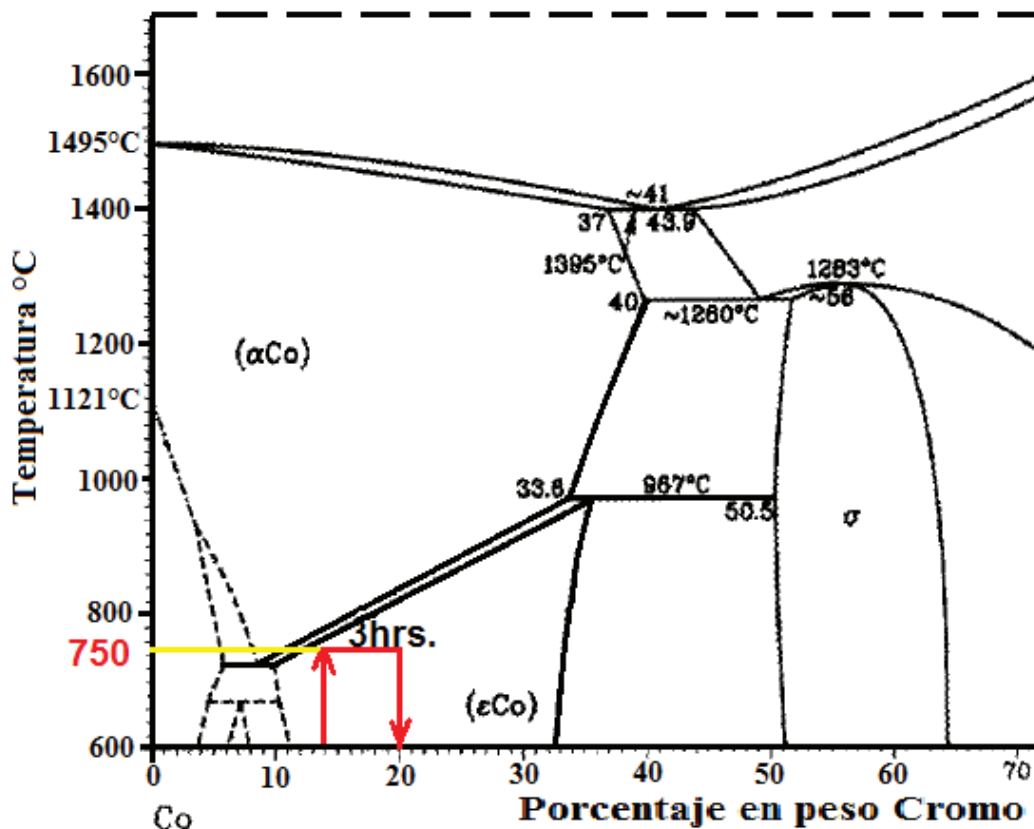


Figura 59. Esquema de tratamiento térmico 6, recorte tomado del diagrama desarrollado por [28].

3.7.1. Microscopia Electrónica de Barrido

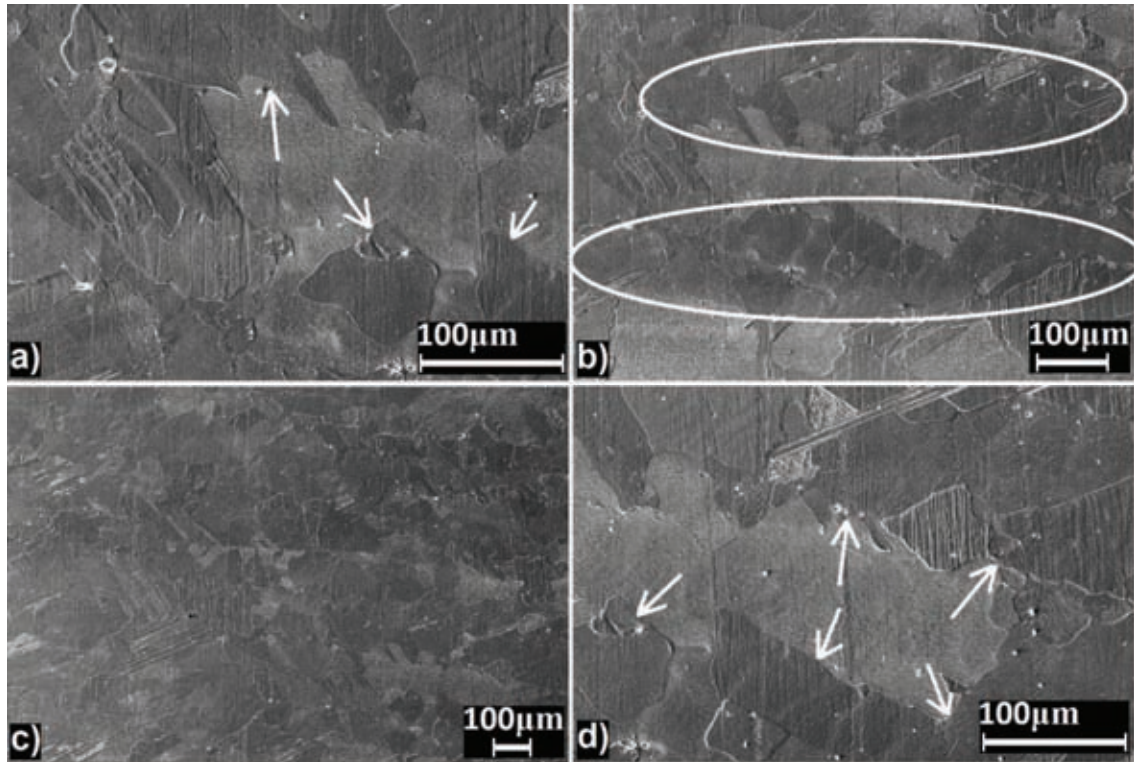


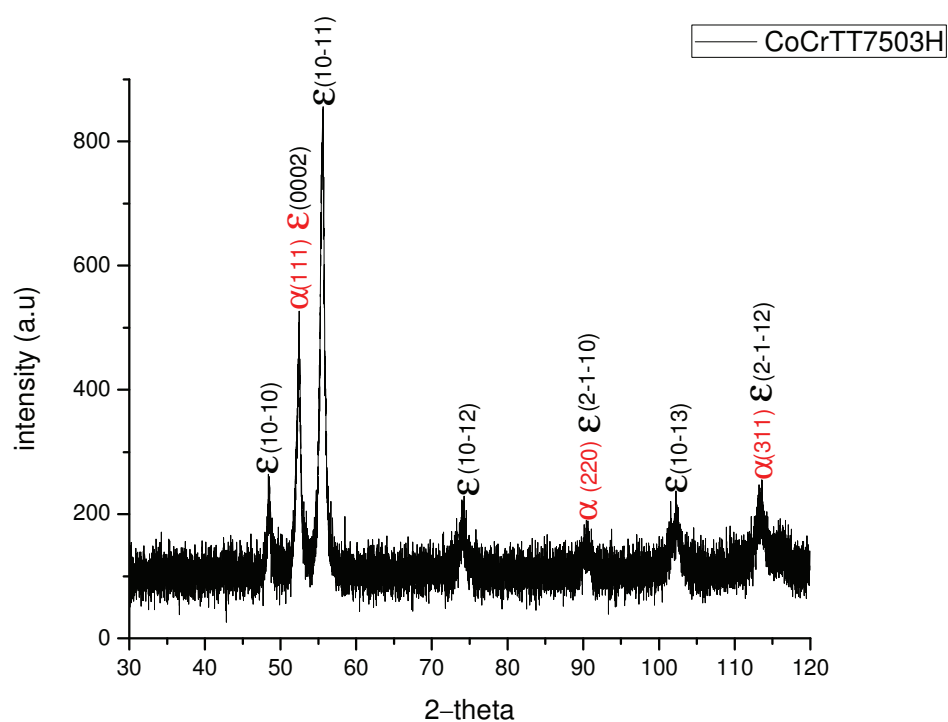
Figura 60. Micrografías de muestra TT a 750°C por 3 horas y enfiada al aire (a hasta d) tomada a diferentes aumentos por MEB con señal SE.

En general en las imágenes ya no se observa algún tipo de estriado o bandas como tal lo que en un inicio nos indica que se trata mayoritariamente de una martensita isotérmica que aunque el tiempo fue de 3 horas al tratarse de una temperatura por debajo de la temperatura de transición α -Co/ ϵ -Co el mecanismo de transformación martensítica fue mayoritariamente difusivo. En la figura 60a se observan solo regiones homogéneas señaladas con flechas blancas, siendo las más claras las formadas durante el enfriamiento y las regiones oscuras durante el tratamiento, y lo son porque en la condición de tratamiento de 1 hora estas regiones oscuras eran más pequeñas y al aumentar el tiempo de tratamiento el proceso difusivo permaneció por más tiempo. En la figura 60c se puede observar que no hay una estructura de granos pero las regiones homogéneas ya son más

grandes y más definidas lo que es la pauta para la formación de granos, esto se puede apreciar mejor en las figuras 60b y 60d en las que también se observan regiones con límites marcados tal como se señala por las elipses blancas en la fig. 60b y por flechas en la fig. 60d y el frente de solidificación ya se ha desvanecido, la fase dominante sigue siendo la fase ϵ -Co hcp martensita aunque mayoritariamente isotérmica. Los precipitados no crecieron ni aumentaron y en base a la imagen 60d se ubican preferentemente en la región martensítica oscura.

3.7.2. Rayos X

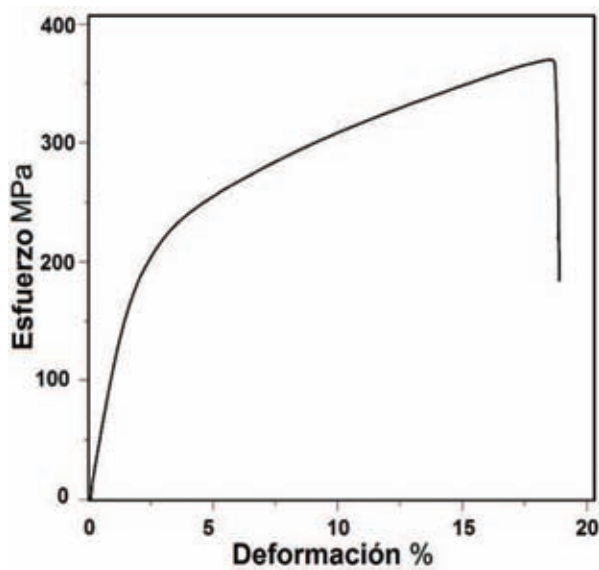
La gráfica 7 muestra el patrón de difracción de RX correspondiente a la muestra tratada térmicamente a 750°C durante tres horas. Se observan los picos de difracción en 48.42°, 55.55°, 73.95° y 102.23° para valores de 2θ , los cuales corresponden a los planos (10-10), (10-11), (10-12) y (10-13) para la estructura hcp ϵ -Co. Y los picos de difracción en 52.30°, 90.59°, 113.37° para valores de 2θ , los cuales corresponden a los planos (111), (220) y (311) para la estructura fcc α -Co.



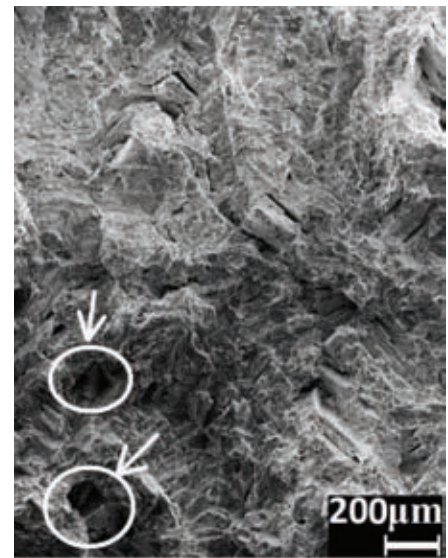
Grafica 7. Patrón de difracción de RX de la muestra TT a 750°C por 3hrs. enfriada al aire, de la aleación Co-20% en peso Cr.

3.7.3 Tensión

De la prueba de tensión uniaxial a la probeta TT a 750°C durante tres horas y enfriada al aire resultó la gráfica que se muestra en la Figura 61a, se obtuvo una resistencia a la cedencia de 190 Mpa, módulo de Young de 13 Gpa, y una elongación máxima de 17.5%. La Figura 61b muestra la superficie de la fractura, imagen obtenida por MEB, en la que se aprecia un efecto de estriado debido a la fase hcp ϵ -Co, se puede notar que la fractura presenta dos cavidades en la parte inferior (indicadas por círculos blancos) y poco clivaje en el centro siendo estos defectos los que impidieron una elongación superior.



a)



b)

Figura 61. a) Gráfica Esfuerzo-Deformación y b) Fractografía por MEB con señal SE de la muestra TT a 750°C durante 3 horas y enfriada al aire.

3.8 Durezas de probetas de colada y con tratamiento térmico.

Se realizaron pruebas de dureza Rockwell para observar el comportamiento de la misma con respecto a los tratamientos térmicos propuestos. Se utilizó como penetrador un cono de diamante de 120° de ángulo de vértice redondeado en la punta con una carga normalizada de 150 kilogramos en un durómetro marca Matsuzawa, después de las pruebas los resultados obtenidos fueron los esquematizados en figura 62 y 63.

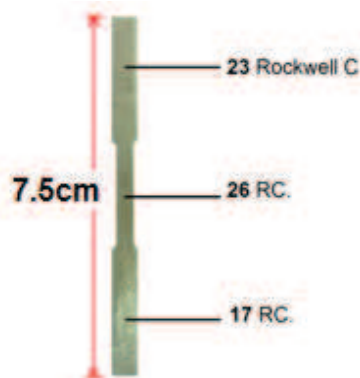


Figura 62. Probeta de Colada.

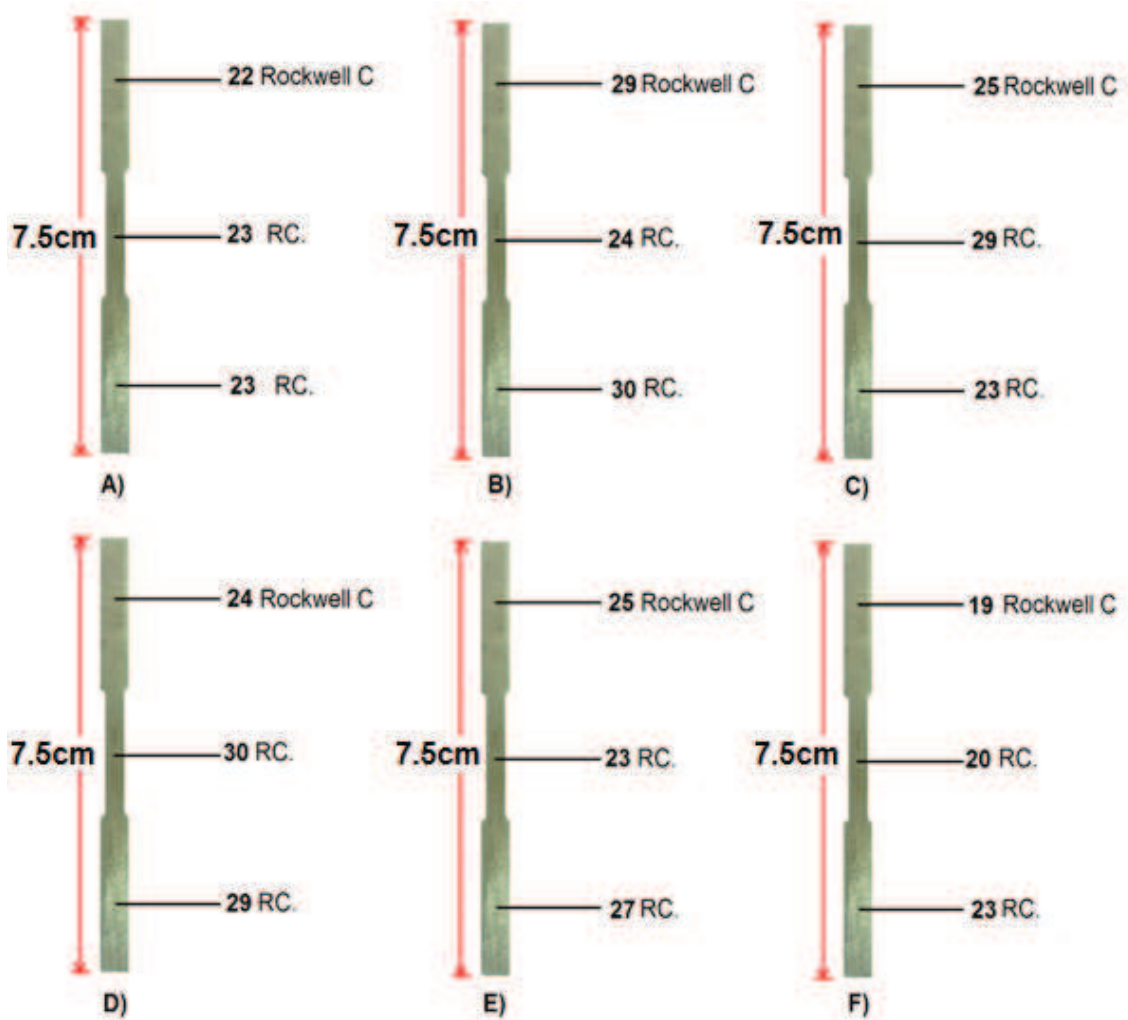


Figura 63. Durezas de probetas tratadas térmicamente. A) T.T. a 1050 °C por 3hrs, B) T.T. a 1050 °C por 1hr, C) T.T. a 900 °C por 3hrs, D) T.T. a 900 °C por 1hr, E) T.T. a 750 °C por 3hrs, F) T.T. a 750 °C por 1hr.

Capítulo 4

Análisis de resultados.

4. 1 Muestras con tratamientos térmicos de 3 horas.

A continuación se hace un análisis de las muestras tratadas térmicamente a 750°C, 900°C y 1050°C a un tiempo de 3 horas. Para el caso de la microestructura se muestra la figura 64 en la que se compara la micrografía de colada 64(a) con las micrografías de las muestras TT a 1050°C 64(b), 900°C 64(c) y 750°C 64(d) por tres horas. La primera característica a notar en las tres micrografías de TT es que la microestructura dendrítica ha pasado a una estructura martensítica en su mayoría además de que en la figura 64(b) y 64(c), correspondiente a las muestras con TT a 1050°C y 900°C respectivamente, se observa un estriado mayor que a las otras micrografías lo cual hace notar una mayor cantidad de fallas de apilamiento, dislocaciones y otros defectos de la estructura. Se observa sobre todo en la micrografía 64(b) que los precipitados han crecido con respecto a los de la micrografía 64(a) de colada que inicialmente median de 1 a 2 μm y llegan hasta 2.5 y 7 μm que su papel radica principalmente en una posible fragilización de la muestra por fase secundaria (en las pruebas de tensión la posibilidad de una fractura temprana iniciada en zonas de precipitados aumentaría proporcional a la cantidad y tamaño de estos). Aunque el tamaño de los precipitados aumentó, su cantidad no se incrementó con el TT por lo que podrían no ser determinantes en las propiedades mecánicas que se esperan.

De las tres micrografías la de la muestra TT a 750°C (c) se observa con una estructura que tiene predominantemente fase hcp ϵ -Co martensita en forma de placa que al parecer se formó así durante el proceso isotérmico de tres horas, aunque la reducción en el estriado nos deja ver que la martensita isotérmica no muestra tantos defectos como los habría en una martensita atérmica lo que puede ser motivo de una reducción en la ductilidad y presencia de límites frágiles.

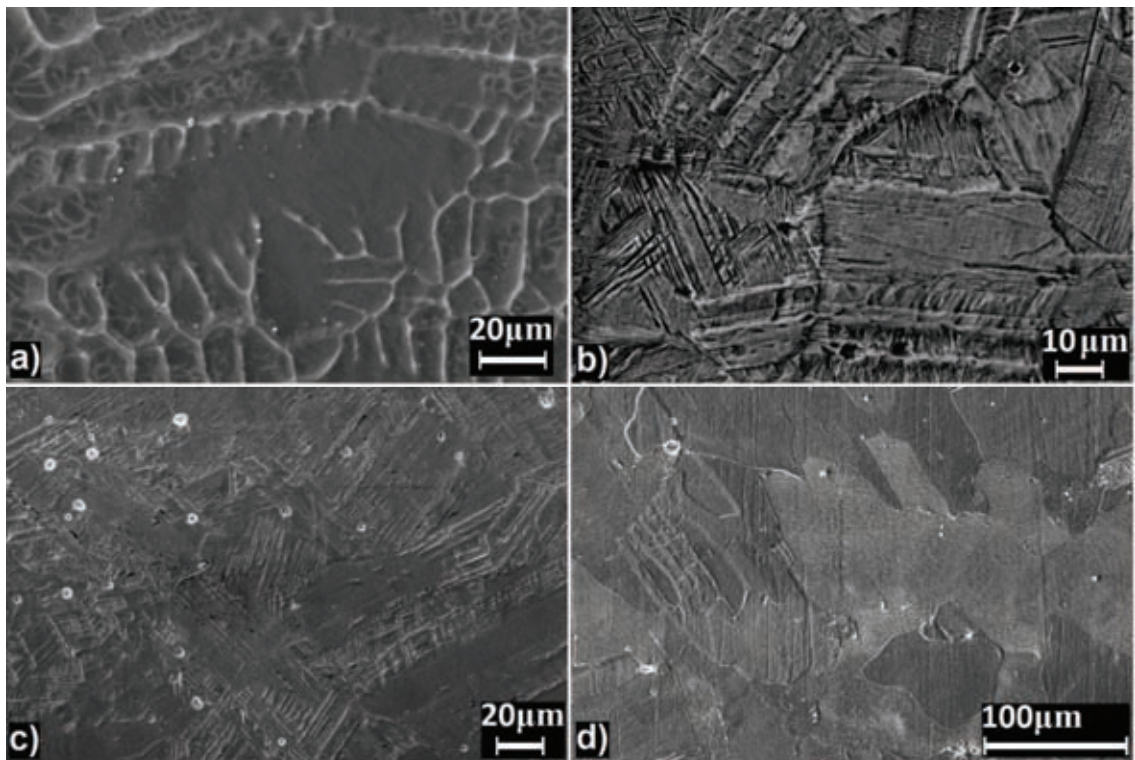
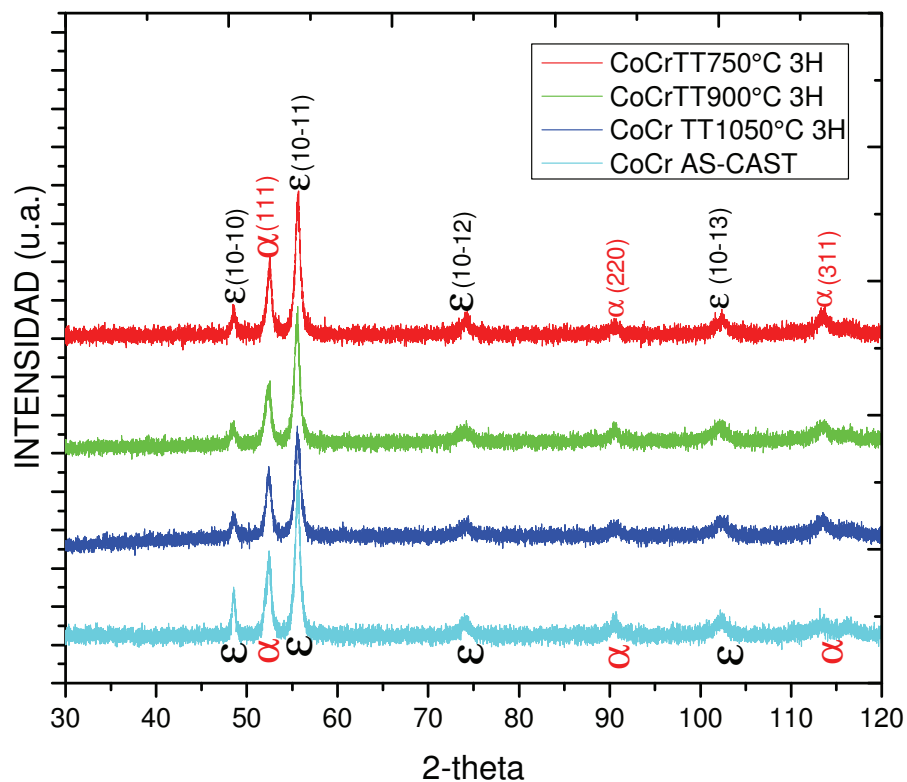


Figura 64. Micrografías de muestras de colada(a) y tratadas térmicamente a 1050°C (b), 900°C(c) y a 750°C (d) durante 3 horas, tomadas por MEB con señal SE.

Podemos observar de la gráfica 8 en donde se comparan los patrones de difracción de RX de las 3 muestras tratadas térmicamente durante tres horas, y la muestra de colada. Los tres patrones de RX de las muestras tratadas térmicamente son muy idénticos entre ellos y con respecto al patrón de colada la única diferencia apreciable es la intensidad del pico en 2θ igual a 55.56° correspondiente al plano (10-11) de la fase hcp ϵ -Co martensita y

también el pico en 2θ igual a 113.37° correspondiente al plano (311) de la fase fcc α -Co que en el patrón de colada apenas se alcanza a distinguir pero en los patrones de las muestras TT está definido por lo que la pequeña disminución en el pico en 2θ igual a 55.55 contribuye ahora al plano (311) de la fase fcc α -Co.



Grafica 8. Comparación de patrones de difracción de RX de la muestra de colada y las muestras TT a 750°C , 900°C , 1050°C por tres horas, de la aleación Co-20% en peso Cr.

En general podemos notar que a 3 horas el cambio de temperatura de tratamiento no da lugar a formaciones de otras fases distintas a las iniciales y también las intensidades no muestran cambios radicales que indicaran alguna orientación preferencial por lo que aunque las microestructuras sean diferentes los RX nos muestran que las fases de la

estructura de colada se mantienen y solo la distribución de las fases hace la diferencia entre cada microestructura.

Ahora hacemos un comparativo de dureza para observar su comportamiento entre cada tratamiento para tiempos de tres horas, tabla 11. La máxima dureza la obtuvimos en la muestra tratada térmicamente a 900°C con un valor de 294 escala Vickers y el promedio a esta temperatura de tratamiento es de 271 Vickers. La dureza promedio de la muestra de colada es de 251 Vickers por lo que aunque no se observa una gran variación, si se observa un pequeño incremento en la dureza con respecto a la muestra TT a 900°C sin embargo con lo que se refiere a las muestras TT a 1050°C y 750°C las durezas fueron muy similares a la de colada lo que nos da clara evidencia de que no es una característica que se modifique con los tiempos de TT de 3 horas. En artículos con tratamientos de solución sólida y posterior envejecido la dureza se modifica en gran medida con tiempos mayores a 12 horas de envejecido por lo que era de esperarse que la dureza no se modificara con el tratamiento térmico utilizado en este trabajo. Por otra parte a tiempos cortos y a temperaturas por debajo de la temperatura de transición de fase fcc α -Co a fase hcp ϵ -Co

DATOS DE DUREZA :probetas composicion 20% en peso de Cr									
TIPO DE PROBETA	TIEMPO DE TRATAMIENTO (EN HORAS)	DUREZA						TIPO DE ATMOSFERA	TIPO DE ENFRIAMIENTO
		ROCKWELL C (PTO. DE PRUEBA)			DUREZA VICKERS(PTO. DE PRUEBA)				
		1	2	3	1	2	3		
COLADA	NINGUNO	23	26	17	254	272	229	VACIO	AIRE
TT a 1050°C	3	22	23	23	248	254	254	VACIO	AIRE
TT a 900°C	3	25	29	23	266	294	254	VACIO	AIRE
TT a 750°C	3	19	20	23	235	239	254	VACIO	AIRE

Tabla 11. Listado de durezas de la muestra de colada y las muestras TT a 750°C, 900°C, 1050°C por tres horas, de la aleación Co-20% en peso Cr.

En la figura 65 se muestran las pruebas de tensión realizadas a las muestras tratadas térmicamente a 750°C, 900°C y 1050°C en un tiempo de tres horas y estas a su vez son comparadas con la gráfica de tensión de la probeta de colada. De inmediato podemos notar

que la primera diferencia es el aumento en la resistencia a la cedencia de las tres muestras tratadas con respecto a la muestra de colada, la muestra TT a 900° y TT a 750°C tienen una resistencia a la cedencia muy similar siendo de 180 y 190 Mpa respectivamente, sin embargo la probeta TT a 750°C es la de mayor resistencia a la cedencia.

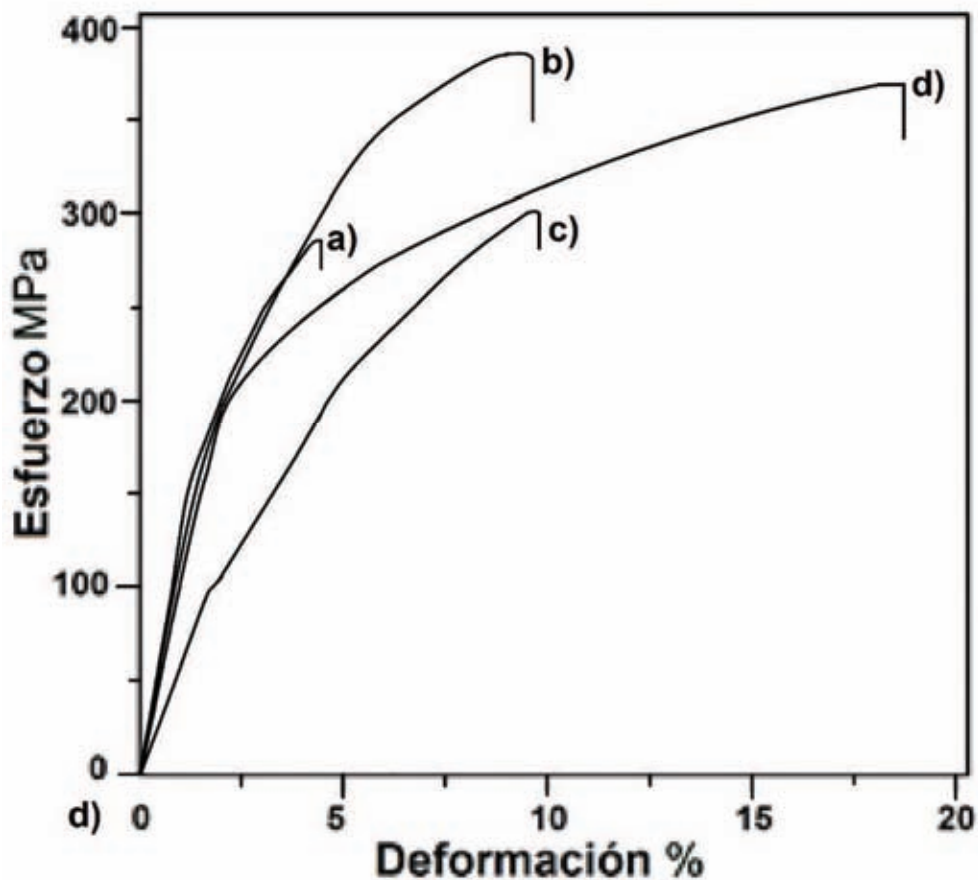


Figura 65. Gráficas de tensión de la muestra de colada a) y las muestras TT a 1050°C b), 900°C c) y 750°C d) por tres horas, de la aleación Co-20% en peso Cr.

Prestando atención ahora a la deformación, es claro que la máxima deformación la tiene también la probeta TT a 750°C con un valor de deformación de 17.5% lo que comienza a indicar que el tratamiento de menor temperatura es el más favorable para la mejora de las propiedades mecánicas. Falta hacer el análisis de las probetas tratadas por tiempos de una

hora pero las expectativas se centran en la muestra tratada a 750° C. El modulo de Young se ha incrementado con respecto al de la muestra de colada pero al no mostrar una tendencia especifica no es determinante en nuestro análisis.

4. 2 Muestras con tratamientos térmicos de 1 hora.

Hemos agrupado las micrografías de las muestras tratadas durante una hora a 750 °C (66d), 900°C (66c) y 1050°C (66b) para poder hacer un mejor análisis partiendo de la comparación de las microestructuras de las muestras con TT con la muestra de colada. Lo primero que observamos es que la estructura dendrítica se ha desvanecido en las muestras con tratamiento térmico y esto es porque hay un efecto de coalescencia en la dendrita que hace que comience a generarse una estructura de granos por lo que en la figura 66b se observa en la parte intermedia de la imagen algo muy parecido a un límite de grano al igual podemos observar la presencia de fallas de apilamiento y crecimiento de la fase ϵ -Co aunque con una menor cantidad de estriado a diferencia de las micrografías 66c y 66d. La figura 66c es en la que se observa la mayor cantidad de fallas de apilamiento de las 4 micrografías observándose en todas las fallas crecimiento de fase hcp ϵ -Co aunque en menor cantidad a diferencia de la imagen 66d en que se observa que incluso ya hay bandas de martensita ϵ -Co aunque no tan grandes como para hacer zonas homogéneas lo cual no sería conveniente para las propiedades mecánicas, por lo que la microestructura de bandas con un entramado de fallas de apilamiento entre otros defectos, es la mejor condición que podemos buscar y que tenemos en la muestra tratada térmicamente durante una hora a 750°C (figura 66d) en la que se ven bandas hcp ϵ -Co de martensita atérmica y entre cada banda se observan fallas de apilamiento que en base a trabajos anteriores y a

los patrones de RX se conoce que están en una matriz de fase fcc α -Co . Adicionalmente la cantidad de precipitados es mínima y su tamaño prácticamente no cambio con respecto a los de la estructura de colada.

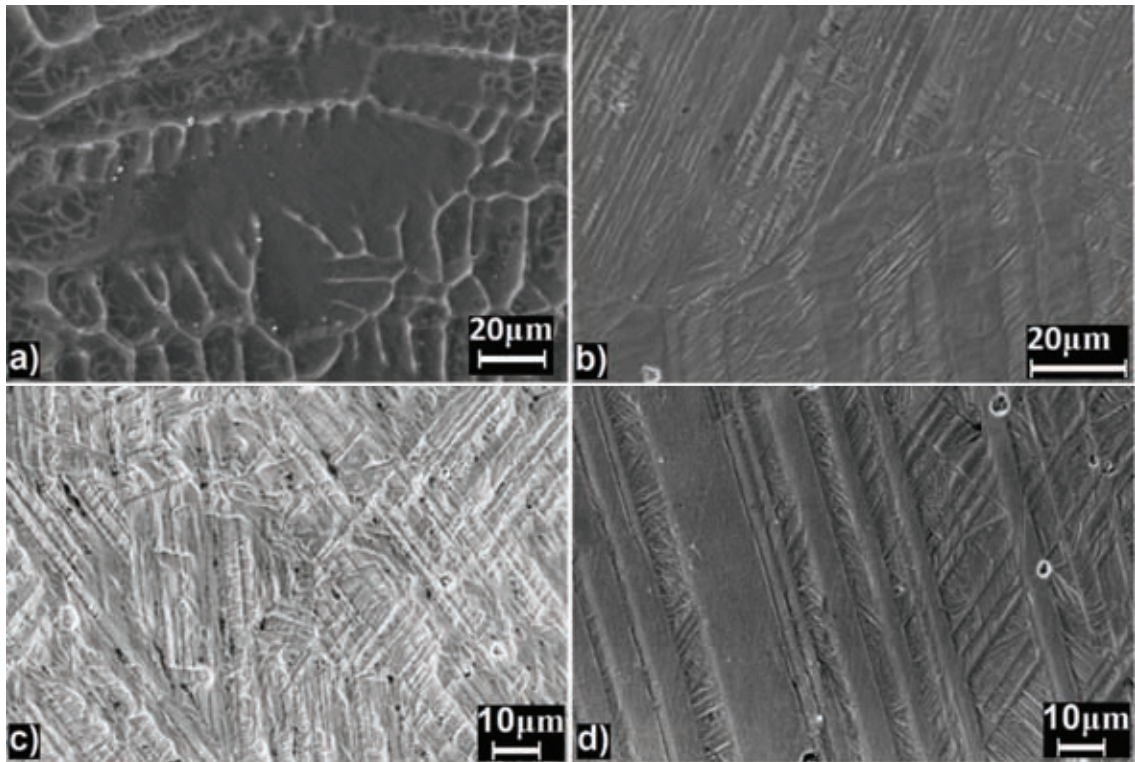
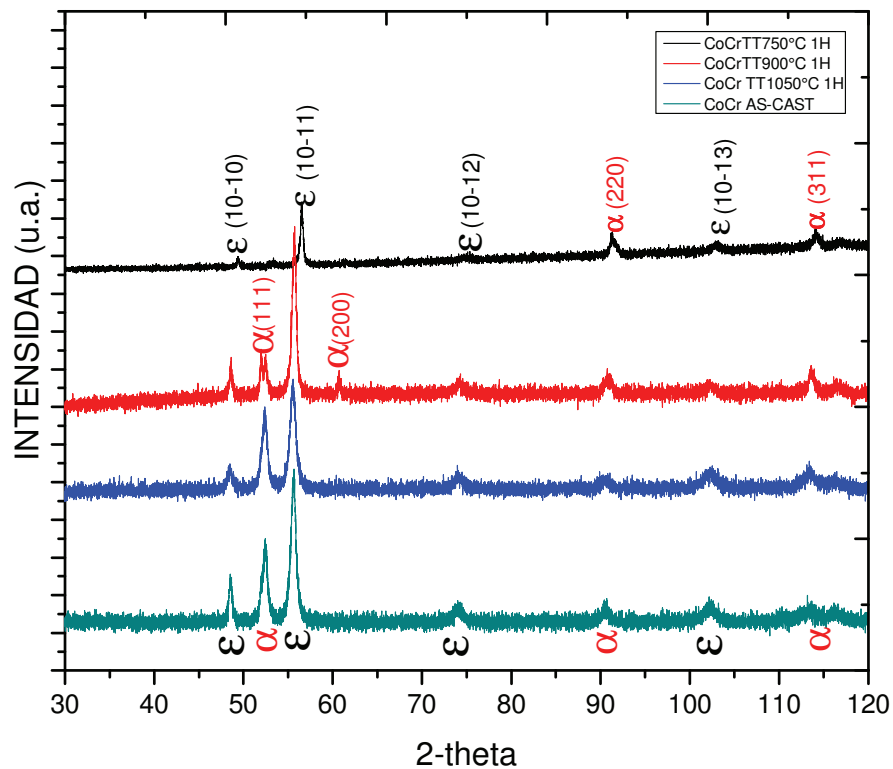


Figura 66. Micrografías de la muestra de colada a) y las muestras TT a 1050°C b), 900°C c), 750°C d), por una hora, de la aleación Co-20% en peso Cr, tomadas por MEB con señal SE.

Por otra parte, podemos observar en la gráfica 9 en la que se comparan los patrones de RX de las muestras tratadas térmicamente durante una hora y el patrón de RX de colada con la finalidad de tener un análisis más detallado. En este análisis el primer patrón que muestra cambios con respecto al de colada es el de la muestra tratada térmicamente a 900°C, crece un pico en 2θ igual a 60.68°C del plano (200) correspondiente a la fase fcc α -Co y los 7 picos restantes no presentan cambios por lo que en ese patrón tenemos ahora 4 picos de

fase fcc α -Co y 4 picos de fase hcp ϵ -Co, el pico más grande es el de fase hcp ϵ -Co con 2θ igual a 55.56° . El patrón de la muestra tratada a 1050°C durante una hora, no cambia en comparación al patrón de la muestra de colada, la única diferencia que se alcanza a observar es la intensidad de los picos ligeramente menores que en el de colada.

El patrón de la muestra tratada térmicamente a 750°C durante una hora, presenta prácticamente solo fase hcp ϵ -Co porque ya no aparecen en este patrón los picos correspondientes a la fase fcc α -Co en 2θ igual 52.30° y 60.68° por lo tanto la pequeña contribución de fase α -Co ahora solo se aprecia en los picos con 2θ igual 90.59° y 113.37° , es por esto que al ser la fase hcp ϵ -Co la de mayor cantidad, sus buenas propiedades se vean reflejadas en las pruebas posteriores.



Grafica 9. Comparación de patrones de difracción de RX de la muestra de colada y las muestras TT a 750°C , 900°C , 1050°C por una hora, de la aleación Co-20% en peso Cr.

Se listan los resultados de las pruebas de dureza de las muestras TT a 1050°C, 900°C y 750°C, durante una hora, tabla 12. Se observa que el valor de máxima dureza es de 302 Vickers que corresponde a la muestra TT a 900°C y el valor menor es de 229 Vickers que corresponde a la muestra TT a 750°C, el valor promedio de dureza de la muestra TT a 1050°C es de 285 Vickers, el de la muestra tratada a 900°C también es de 285 Vickers y el de la muestra TT a 750°C es de 266 Vickers. Incluso en el valor promedio de dureza se tiene menor valor en la muestra TT a 750°C durante una hora lo cual es bueno ya que aunque la dureza incrementa con respecto a la de la muestra de colada aun sigue siendo un valor no muy grande que pudiera afectar a otras características mecánicas como la ductilidad que es uno de los puntos que más nos interesa en el presente trabajo.

En general, revisando los valores promedio de dureza nos damos cuenta que esta propiedad no varía tanto de muestra a muestra sin importar la temperatura de tratamiento o el tiempo de permanencia lo que nos deja ver también que la distribución y el tipo de la fase hcp ϵ -Co puede ser cambiado sin tener repercusiones directas a la dureza y quizá los pequeños valores de incremento se deba a la cada vez mayor cantidad de fase hcp ϵ -martensita isotérmica.

DATOS DE DUREZA :probetas composicion 20% en peso de Cr									
TIPO DE PROBETA	TIEMPO DE TRATAMIENTO (EN HORAS)	DUREZA						TIPO DE ATMOSFERA	TIPO DE ENFRIAMIENTO
		ROCKWELL C (PTO. DE PRUEBA)			DUREZA VICKERS(PTO. DE PRUEBA)				
		1	2	3	1	2	3		
COLADA	NINGUNO	23	26	17	254	272	229	VACIO	AIRE
TT a 1050°C	1	29	24	30	294	259	302	VACIO	AIRE
TT a 900°C	1	24	30	29	259	302	294	VACIO	AIRE
TT a 750°C	1	25	23	27	266	254	279	VACIO	AIRE

Tabla 12. Listado de durezas de la muestra de colada y las muestras TT a 750°C, 900°C, 1050°C por una hora, de la aleación Co-20% en peso Cr.

Por otra parte, observando la figura 67 en la que vemos las gráficas de tensión de las pruebas realizadas a las muestras tratadas térmicamente a 750°C, 900°C y 1050°C durante

una hora y la gráfica de la muestra de colada comparadas, podemos notar que la resistencia a la cedencia se incrementó con respecto al valor de 150 Mpa que presenta la muestra de colada. En este caso los valores de resistencia a la cedencia de las muestras tratadas a 1050° C y 900°C son similares siendo de 170 Mpa y 175Mpa respectivamente, son mayores al valor obtenido en la muestra de colada sin embargo la muestra TT a 750°C durante una hora, alcanzó una resistencia a la cedencia de 340 Mpa siendo muy superior tanto a la alcanzada por la muestra de colada como a los valores alcanzados por las muestras TT por una y tres horas. También la elongación alcanzada es de 26.5% contra 15.8% y 8.3% de las muestras TT a 900°C y 1050°C respectivamente. En general las propiedades mecánicas se mejoraron con el tratamiento térmico a 750°C durante una hora, aunque el factor tiempo no ha sido determinante si ha sido importante para la mejora de las propiedades. La comparación de muestras con el mismo tiempo de tratamiento ha hecho su análisis muy práctico y claro al observar las propiedades en cada grafica por lo que ahora ya estamos en condiciones de poder tener una conclusión muy determinante.

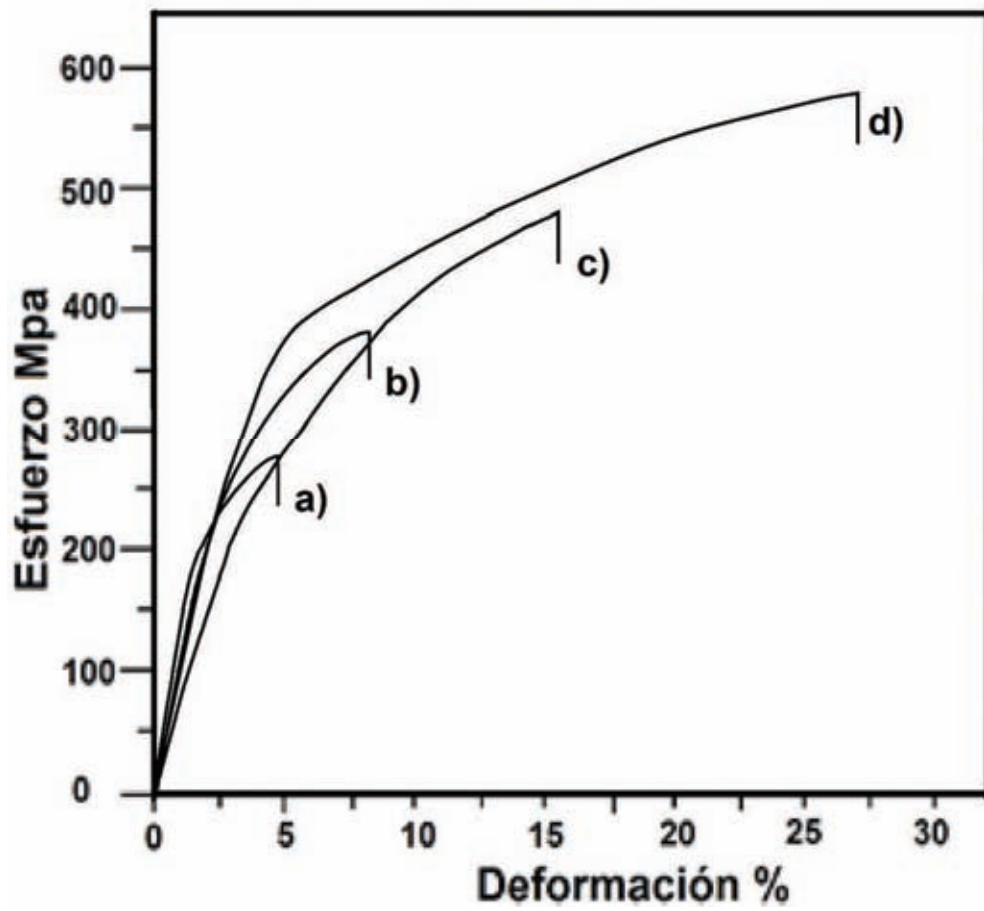


Figura 67. Gráficas de tensión de la muestra de colada a) y las muestras TT a 1050°C b), 900°C c) y 750°C d) por una hora, de la aleación Co-20% en peso Cr.

Conclusiones

De los resultados obtenidos en este trabajo y del análisis realizado se puede concluir los siguientes puntos

- ◆ Se trataron térmicamente seis muestras de la aleación Co-20% en peso Cr obtenida por colada en un molde de cobre con enfriamiento (solidificación rápida), explorándose las temperaturas de 750°C, 900°C y 1050°C para tiempos de una y tres horas, enfriándolas al aire. Observándose como primer factor de mejora los tiempos de 1 hora y como factor determinante la temperatura, siendo la de 750°C la que garantiza las mejores propiedades mecánicas en la muestra.
- ◆ En las micrografías obtenidas por MEB se identificó la fase hcp ϵ -Co martensita isotérmica y la fase hcp ϵ -Co martensita atérmica siendo evidente que la mejor microestructura se observa en la muestra tratada térmicamente a 750°C durante una hora, el entramado de bandas hcp ϵ -Co lo suficientemente grandes como para mantener sus propiedades, pero sin llegar a la condición de homogenización que se comienza a observar en muestras tratadas por tres horas, entrelazadas por zonas con fallas de apilamiento y demás defectos garantiza una mayor cantidad de planos de deslizamiento y a su vez zonas de mayor resistencia.

Cuando hablamos de una condición de homogenización nos referimos a las zonas de martensita isotérmica que no presentan estriado u otros indicios de defectos cristalinos y que abarcan la mayor cantidad de superficie con respecto a la superficie total observada.

- ◆ En el análisis de difracción de RX se encuentra que la fase FCC α -Co permanece como una fase metaestable en todos los patrones aunque en la muestra TT a 750°C

por una hora, es muy notoria su disminución al desaparecer los picos en 2θ igual 52.30°C y 60.68°C , aunque permanecen en dicho patrón dos picos de fase FCC α -Co, los que desaparecen son los picos característicos de dicha fase en la literatura. Para todos los patrones de RX el pico más grande está en 2θ igual 55.55°C correspondiente a la fase hcp ϵ -Co martensita.

- ◆ Es claro que, aunque las pruebas de dureza de las muestras tratadas térmicamente dieron valores mayores al valor promedio de 251 Vickers correspondiente a la muestra de colada, la dureza no es un factor dependiente de la temperatura ni los tiempos de tratamiento que se manejaron en este estudio. Además de que las muestras aun no presentan una estructura completamente granular lo que conjuntamente con el aumento de precipitados nos darían durezas muy elevadas. Se logró un incremento de la dureza aunque no se obtuvo un factor de control como tal.
- ◆ Los resultados de las pruebas de tensión de las muestras tratadas térmicamente fueron aún más satisfactorios y acorde a lo que se observó en caracterizaciones anteriores. Se obtuvo una resistencia a la cedencia máxima de 350 Mpa en la muestra TT a 750°C dando también la elongación más alta que fue de 27% y un módulo de Young de 12 Gpa. En la fractografía se observó una superficie estriada con una pequeña cantidad de precipitados y con un efecto de desgarre lo cual nos indica que fue una fractura dúctil lo que corresponde con los valores obtenidos en la gráfica de la prueba, en la misma fractografía no hay evidencia de carburos ni óxido por lo que el control con vacío fue el adecuado.

Las propiedades mecánicas de la aleación Co-20% en peso Cr se han mejorado con cada uno de los tratamientos que se llevaron a cabo por lo que este objetivo se cumplió incluso desde los tratamientos a 900°C y 1050°C que fueron los que no dieron valores tan altos en las pruebas.

El tratamiento térmico a 750°C durante una hora con enfriamiento de la muestra al aire es el que da las mejores propiedades para su aplicación a implantes y prótesis desde el punto de la maquinabilidad y en caso de prótesis de cráneo para su laminación y conformado. La temperatura relativamente baja del tratamiento térmico es una característica que además lo hace de bajo costo y fácil de aplicar en un proceso en serie.

Revisión Bibliográfica

- [1] López H. F. and Saldivar-Garcia A. J., 2008. Martensitic Transformation in a Cast Co-Cr-Mo-C Alloy. *Metall. Mater. Trans. A* 39A, pp. 8-18
- [2] Dobbs H S, Robertson J L M, 1983. Heat treatment of cast Co-Cr-Mo for orthopaedic implant use *J. Mater. Sci.* 18, pp. 391-401
- [3] Mineta S, Alfirano, Namba S, Yoneda T, Ueda K and Narushima T ,2012. Phase and Formation/Dissolution of Precipitates in Biomedical Co-Cr-Mo Alloys with Nitrogen Addition. *Metall. Mater. Trans. A* 44A, pp.494-502.
- [4] Williams DF, 2008. On the mechanisms of biocompatibility. *Biomaterials*, Vol. 29, pp. 2941–2953.
- [5] Williams DF, 1987. Definitions in biomaterials. *Journal of Polymer Science Part C: Polymer Letters*, Vol. 26, pp. 414-420.
- [6] David H Kohn, 1998. Metals in medical applications. *Current Opinion in Solid State & Materials Science*, 3:309-316.
- [7] J.D.Bronzino, J.B. Park, 2000. *The Biomedical Engineering Handbook Volume 1*, ed., CRC Press LLC, pp. IV-1-IV-8.
- [8] M. Niinomi, 2002, Recent Metallic Materials for Biomedical Applications. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 33A:477-486.

- [9] Shetty RH, Ottersberg WH, 1995. Metals in orthopedic surgery. In Wise DL et al., ed. *Encyclopedic Handbook of Biomaterials and Bioengineering, Part B*, vol. 1, Marcel Dekker, New York: 509-540.
- [10] A. Disegi and L. Eschbach, 2000. *Stainless steel in bone surgery*. Elsevier, pp. S (D2-D6).
- [11] J. Pan, C. Karlén, and C. Ulfvin, 2000. “Electrochemical Study of Resistance to Localized Corrosion of Stainless Steels for Biomaterial Applications”, *J. Electrochem. Soc.*, Vol. 147 (3), pp. 1021-1025.
- [12] F.J. Gil and J.A. Planell, 1993. “Aplicaciones biomédicas del titanio y sus aleaciones”, *Biomecánica-Originales*, Vol. S/N, pp. 34-42.
- [13] C.N. Elias, J.H.C. Lima, R. Valiev, and M.A. Meyers, 2008. *Biomedical Applications of Titanium and its Alloys. Biological Materials Science, Overview*, pp. 46-49.
- [14] E. Haynes, *Metal Alloy*, U.S. Patent 873,745, 1907
- [15] C.H. Prance, *Cast Metallic Denture*, U.S. Patent 1,958,446, 1934.
- [16] C.S. Venable and W.G. Stuck, 1943. *Clinical Uses of Vitallium 5*, *Ann. Surg.*, Vol. 117, p 772–782.
- [17] Robert Pilliar and Scott D. Ramsay, 2012. *Cobalt-Base Alloys*, *ASM Handbook, Materials for Medical Devices*, Vol. 23, pp. 212-222.
- [18] R. Narayan, 2009. “*Biomedical Materials*”, *Springer, First Ed.*, pp. 58-66.

- [19] J.R. Davis, Ed., 2003. ASM Handbook of Materials for Medical Devices, ASM International, p 33, 34.
- [20] R.N.J. Taylor y R.B.A. Waterhouse, 1983. A Study of the Ageing Behaviour of a Cobalt Based Implant Alloy, J. Mater. Sci., Vol. 18, p 3265–3280.
- [21] T. Kilner et al., 1986. Static Mechanical Properties of Cast and Sinter-Annealed Cobalt- Chromium Surgical Implants, Journal of Materials Science., Vol. 21, p 1349–1356.
- [22] C. Allibert, C. Bernard, N. Valignat, and M. Dombre, 1978. "Co-Cr Binary System: Experimental Re-Determination of the Phase Diagram and Comparison with the Diagram Calculated from the Thermodynamic Data," J. Less-Common Met., 59, 211-226.
- [23] M. Hasebe, K. Oikawa, and T. Nishizawa, 1982. "Computer Calculation of Phase Diagrams of Co-Cr and Co-Mn Systems," J. Jpn. Inst. Met., 46, 577-583.
- [24] K. Ishida, T. Nishizawa, 1990. The Co-Cr (Cobalt-Chromium) system, Bulletin of Alloy Phase Diagrams, Vol. 11, pp 357-370.
- [25] A.R. Elsa, A.B. westerman, and G. K. Manning, 1949. The Cobalt-Chromium Binary System, Trans. ATME, 185, 579- 602.
- [26] M. Venkatraman and J.P Neumann, 1986, "The Be-Cr (Beryllium-Chromium) System," Bull. Alloy Phase Diagrams, Vol. 7(1), pp. 15-18.

- [27] Nishizawa T. and Ishida K., 1983, "The Co (Cobalt) System," Bull. Alloy Phase Diagrams, Vol. 4, pp. 387-390.
- [28] Gómez M., Mancha H., Salinas A., Rodríguez J. L., Escobedo J., Castro M., y Méndez M., 1997. Relationship between microstructure and ductility of investment cast ASTM F-75 implant alloy, Journal of Biomedical Materials Research, Vol. 34, pp. 157–163.
- [29] Zhuang L. Z., Langer E.W., 1989. Effects of cooling rate control during the solidification process on the microstructure and mechanical properties of cast Co-Cr-Mo alloy used for surgical implants, Journal of Materials Science, Vol. 24, pp. 381-388.
- [30] Carlos Valero Vidal, Anna Igual Muñoz, 2008, "Efecto del tratamiento térmico y del potencial aplicado en el comportamiento electroquímico de la aleación biomédica CoCrMo en medios fisiológicos", Universidad Politécnica de Valencia, Valencia, p. 11-12.
- [31] Reed R. P., 1998, "Alloying," ASM International, Metals Park, OH, p.225.
- [32] Massalski T.B., 1965, "Alloying Behavior and Effects in Concentrated Solid Solutions", T. B. Mass, p. 270.
- [33] W.F. Smith, 1981, "Structure and Properties of Engineering Alloys" (McGraw-Hill, New York).
- [34] H.J. Wilson, J. W. Mclean and D. Brown, 1988, "Dental Materials and Their Clinical Application", British Dental Association, London.

- [35] R.D. Bagnall, 1989, Mater. Sci. Tech. 5, 621.
- [36]. D.C. Mears, 1977, Int. Metals Rev. 22, 119.
- [37] Longquan Shi, D. O. Northwood and Zhengwang Cao, 1993, “Alloy design and microstructure of a biomedical Co-Cr alloy” Journal of Materials Science, 28, pp 1312-1316.
- [38] L. Shi, J. Chen y D. O. Northwood, 1992, J. Mater. Engng. Performance 1, 21.
- [39] R.N. Parkins , 1972, Brit. Corr. J. "7, 15.
- [40] Jon L. Dossett y Howard E. Boyer, 2006, ASM International, 2nd edicion, Vol. 1, pgs. 296.
- [41] J. T. Scales, 1971, J. Bone and Joint Surgical, Br. Vol., 53B, 344.
- [42] D. Ducheyne, P. DeMeester, E. Aernoldt, M. Marteus, y J. C. Mulier, 1975, J. Biomed. Mat. Res., 6,199.
- [43] M. Semlitch, 1974, Sulzer Technical Review, 4 ,1.
- [44] N. Grant, Trans A.S.M. 39,368 (1947).
- [45] R. Asgar y F. A. Peyton, J. Dent. Res., 40, (961) 63 (1968) and (73) 40 (1961).
- [46] L. Radamacher, U. S. Patent 3,865,585 (1975).
- [47] J. Cohen, R. M. Rose y J. Wulff, 1978, “Recommended Heat Treatment and Alloy Additions for Cast Co-Cr Surgical Implants”, Journal of Biomedical Materials Research, Vol. 12,935-937.
- [48] W.H. Jiang, H.R. Guang, y Z.Q. Hu, 1999. Development of a Heat Treatment

for a Directionally Solidified Cobalt-Base Superalloy, *Metall. and Mat. Trans. A*, Vol. 30A, pp. 2251-2254.

- [49] C. Montero-Ocampo, M. Talavera, and H. Lopez, 1999, Effect of Alloy Preheating on the Mechanical Properties of As-Cast Co-Cr-Mo-C Alloys, *Metall. and Mat. Trans. A*, Vol. 30A, pp. 611-620.
- [50] A. de J. Saldívar García, A. Maní Medrano, y A. Salinas Rodríguez, 1999, Formation of Hcp Martensite during the Isothermal Aging of an fcc Co-27Cr-5Mo-0.05C Orthopedic Implant Alloy, *Metall. and Mat. Trans. A*, Vol. 30A, pp. 1177-1184.
- [51] K. Rajan, 1982, Phase Transformations in a Wrought Co-Cr-Mo-C Alloy: *Metall. Trans. A*, vol. 13A, pp. 1161-66.
- [52] K. Rajan: *Metall. Trans. A*, 1984, vol. 15A, pp. 1335-38.
- [53] Katsunari Oikawa, Gao-Wu Qin, Tamio Ikeshoji, Ryosuke Kainuma, Kiyohito Ishida, 2002, Direct evidence of magnetically induced phase separation in the fcc phase and thermodynamic calculations of phase equilibria of the Co–Cr system, *Acta Materialia*, Vol. 50, pp.2223-2232.
- [54] S. Kurosu, S. Matsumoto, A. Chiba, 2010, Isothermal Phase Transformation in Biomedical Co-29Cr-6Mo Alloy without Addition of Carbon or Nitrogen, *Metall. and Mat. Trans. A*, Vol. 41A, pp. 2613-2625.

- [55] B.L. Bramfitt, Bethlehem Steel Corporation; and Anil K. Hingwe, Molloy Manufacturing Company, 1991, “Annealing of steel”, heat treating, ASM Handbook, Vol. 4, pg. 101.
- [56] Harry Chandler, 1996, Heat Treater's Guide: Practices and Procedures for Nonferrous Alloys, ASM International, Edición Reimpresa, pp. 669.
- [57] J.W. Morris Jr., Defects in Crystals, Materials Science, pp. 76-106.
- [58] Vito Volterra (1907) "Sur l'équilibre des corps élastiques multiples connexes", Annales scientifiques de l'École Normale Supérieure, Vol. 24, pp. 401–517.
- [59] G. I. Taylor (1934). "The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. Part I. Theoretical". Proceedings of the Royal Society of London. Series A 145 (855): 362–387.
- [60] http://en.wikipedia.org/wiki/Dislocation#/media/File:Vector_de_Burgers.PNG
- [61] Read W T, 1953. Dislocations in crystals, Int. series in pure and applied physics, McGraw-Hill, Vol. 1, pp.228.
- [62] Robert W. Cahn and Peter H., 1996. Physical Metallurgy Book, “Defect Structures”, Vol. 1, Ed. North Holland, pp. 844.
- [63] F. Fellah, G. Dirras, J. Gubicza, F. Schoenstein, N. Jouini , S.M. Cherif, C. Gatel, J. Douin, 2009. “Microstructure and mechanical properties of ultrafine-

- grained fcc/hcp cobalt processed by a bottom-up approach”, *Journal of Alloys and Compounds*, pp. 424-428.
- [64] J. Thibault, 1994. *Structure and Properties of Grain Boundaries*, Scitec Publications, Vols.35-36, pp. 33-44.
- [65] Robert W. Cahn and Peter H., 1996. *Physical Metallurgy Book*, “Elements of Microstructure”, Vol. 1, Ed. North Holland, pp. 844.
- [66] S. Kurosu, S. Matsumoto, A. Chiba, 2009. “Grain refinement of biomedical Co–27Cr–5Mo–0.16N alloy by reverse transformation, *Materials Letters*, Vol. 64, pp. 49-52.
- [67] Todd M. y Joseph D. Rigney Osman, 2000, *Introduction to the Mechanical Behavior of Metals*, *Mechanical Testing and Evaluation, ASM Handbook*, Vol. 8, pp. 20.
- [68] Gopal Revankar, Deere & Company, 2000, *Introduction to Hardness Testing*, *Mechanical Testing and Evaluation, ASM Handbook*, Vol. 8, pp. 416.
- [69]http://datateca.unad.edu.co/contenidos/256599/256599%20Materiales%20Industriales/135_propiedad_de_dureza.html
- [70] John M. (Tim) Holt, 2000, *Uniaxial Tension Testing*, *Mechanical Testing and Evaluation, ASM Handbook*, Vol. 8, pp. 297-298.
- [71] *Introduction to Structures in Metals, Metallography and Microstructures*, Vol. 9, *ASM Handbook*, ASM International, 2004, p. 23–28.

[72] <http://www.biologia.edu.ar/microscopia/microscopia1.htm>

[73] J. I. Goldstain and D. E. Newbury, "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis: A text for biologists, materials scientists, and geologists", Plenum Press, New York, Second Edition, pp. 1-35, 1994.

[74] <http://personales.upv.es/~avicente/curso/unidad3/determinacion.html>

[75] <http://www.thefabricator.com/article/tc/entendiendo-las-tecnologias-de-corte-de-metal>

[76] Vander Sande J.B., Coke J.R. y Wulff J., 1976. A Transmission Electron Microscopy Study of the Mechanisms of Strengthening in Heat-Treated Co-Cr-Mo-C Alloys, Metallurgical Transactions A, Vol. 7A, pp. 389-397.