

INFLUENCIA DE TRATAMIENTOS TÉRMICOS EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UNA ALEACIÓN BIOCÓMPATIBLE ASTM F75

Y. Bedolla¹, A. Ávila¹, A. Juárez¹, J. Rangel², M. A. L. Hdz¹

¹ Facultad de Ingeniería Mecánica Y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León.
Av. Universidad S/N, Apdo. Postal XX-“F”, CP. 66451, San Nicolás de los Garza, N.L., México.
Teléfono: (0052-81) 8329-4020. Fax: (0052-81) 8332-0904
E-mail: adanavila@hotmail.com

² Universidad Tecnológica de Torreón
Carretera Torreón-Matamoros Km 10
Ejido El Águila, Mpio. Torreón, Coahuila CP 27400

RESUMEN

La aleación ASTM F-75 (Co-Cr-Mo-C) ha sido ampliamente utilizada para la fabricación de implantes quirúrgicos. Una de las propiedades más importantes de esta aleación es la ductilidad, la cual está fuertemente influenciada por la morfología, tipo y distribución de carburos. En el presente estudio se analizaron las propiedades mecánicas obtenidas al variar la microestructura por medio de tratamientos térmicos. Para ello se obtuvieron muestras vaciadas mediante el diseño de “keel block” (ASTM E8/98) a las que se les efectuaron tratamientos térmicos de solución parcial y un tratamiento combinado envejecimiento y solución. Se realizaron pruebas de tracción y dureza además de microscopía óptica y MEB. Los resultados revelan que el cambio morfológico de carburos propiciado al disolverlos parcialmente genera propiedades mecánicas adecuadas para que el material sea implantado; por el contrario, disolverlos casi completamente mostro ser contraproducente al obtenerse propiedades mecánicas muy pobres debidas al excesivo endurecimiento de la matriz.

Palabras clave: Propiedades de implantes, aleación biocompatible, análisis de microestructura, tratamiento térmico, “keelblock”, materiales de prótesis.

ABSTRACT

One of the most common processes for manufacturing articular surgical prosthesis is the investment casting in Co-Cr (ASTM F75/98) alloys. Due to the large carbide content in the as-cast conditions, brittleness is the main problem in this alloy. In this work, mechanical properties were studied as microstructure changed with heat treatments. Samples were obtained from “keel block” (ASTM E8/98) poured out by investment casting, different heat treatments were carried out: i) partial solution (1 and 2 h at 1220 °C) and ii) aged (4 h at 850 °C) and solution at different times (1220 °C at 0.5, 1, 2, 4, 6 h). Optical microscopy (image analysis), SEM, tensile and hardness tests were made. Results showed that for partial solution treatment at one hour promoted a morphology change from acicular to globular in carbides, so there was a balance between UTS and YTS, moreover a good ductility (higher than 8%). On the other hand, aged and solution treatment at 0.5, 1 and 2 hours, did not show an improvement in the mechanical properties comparing with the partial solution treatment at the same times. Aged and solution at 6 hours showed that total carbide solution was not beneficial for mechanical properties as there was a considerably increase into the matrix hardness.

Keywords: Implant properties, biocompatible alloy, microstructure analysis, heat treatments, “keel-block”, prosthesis materials.

INTRODUCCIÓN

Las aleaciones CoCrMo son ampliamente utilizadas en ortopedia y odontología debido a su gran biocompatibilidad y por la formación espontanea de la capa pasiva de cromita que le proporciona al material una alta resistencia a la corrosión^[1]. La aleación base Cobalto ASTM F-75 cumple con los requerimientos en biocompatibilidad, sin embargo sus propiedades mecánicas son muy variables con la composición química y el procesamiento, lo que ha dado como consecuencia que resultados obtenidos por distintos investigadores^[2-4] muestren una gran discrepancia entre ellos y no

ha sido posible aun tener una explicación satisfactoria para este fenómeno. Por otra parte, estudios han demostrado que defectos de solidificación comúnmente encontrados en condiciones de colada como microrechupes, son causa de fallas por fatiga en implantes articulares, específicamente de cadera [5].

Es conocido que la microestructura de la aleación ASTM F-75 en condiciones de colada está compuesta de una matriz dendrítica de estructura cúbica centrada en las caras rica en Cobalto y una fase secundaria donde se segregan carburos del tipo $M_{23}C_6$ [4]. Dichos carburos son el principal mecanismo de resistencia de la aleación; se forman durante la solidificación a partir de la fase intermetálica σ frágil y rica en Cromo y Molibdeno que son muy afines por el carbono [6, 7]. Sin embargo en estas condiciones, tales carburos son causa de baja ductilidad; el tamaño, distribución, morfología y extensión de ésta fase en límites de grano impacta en las propiedades mecánicas [3, 4, 7-10]. Por otra parte la matriz puede endurecerse por solución sólida con elementos como Cr y Mo [7] principalmente.

Fallas de vástagos femorales en prótesis de cadera se han asociado con la baja ductilidad de la aleación. Esto ha llevado a diversos investigadores a estudiar la respuesta a diferentes tratamientos térmicos sobre la microestructura y propiedades mecánicas. Los tratamientos térmicos comúnmente utilizados en estas aleaciones son los de solución, solución parcial y envejecimiento [2-4, 11, 12].

El propósito de este estudio fue evaluar la influencia del tiempo de tratamientos térmicos de solución y envejecimiento en la morfología y disolución de carburos, así como su influencia en las propiedades mecánicas.

MATERIALES Y METODOLOGIA

19 muestras de la aleación ASTM F-75/98 [13] fueron vaciadas por cera perdida siguiendo un diseño de “keel block” correspondiente a la especificación ASTM E8/98 el cual tiene como característica una solidificación lenta con una alimentación satisfactoria para evitar defectos.

El análisis químico realizado en las muestras obtenidas se presenta en la tabla 1, donde también se puede ver la especificación en porcentaje en peso de los elementos de aleación según la norma ASTM F-75/98.

Tabla 1. Composición química.

| Aleación | Cr | Mo | C | Si | Ni | Fe | Co |
|--------------|-------|------|----------|-------|-------|----------|------|
| ASTM F-75/98 | 27-30 | 5-7 | 0.35 max | 1 max | 1 max | 0.75 max | Bal. |
| Obtenida | 28.3 | 6.25 | 0.21 | 0.66 | 0.43 | 0.8 | Bal. |

Se efectuó un tratamiento térmico combinado de envejecido (TE) y solución (TS), y uno de solución parcial (TPS) según la tabla 2. Se emplearon muestras testigo para comparar los resultados.

El TE fue a 815°C y en todos los casos por 4 horas, seguido de un TS a 1220°C por tiempo variable de 30 minutos hasta 6 horas, como se observa en la tabla 2. El TSP se realizó también a 1220°C diferentes tiempos para posteriormente templarse en agua. Posteriormente todas las muestras fueron maquinadas como muestras cilíndricas de diámetro de ¼ pulgada de acuerdo con la norma ASTM E8/98 para pruebas mecánicas.

Tabla 2. Identificación de muestras y Tratamientos Térmicos por diferentes tiempos.

| Id | No. de piezas | Condiciones de TT |
|------|---------------|------------------------|
| I | 4 | De fundición |
| II | 3 | TE (4hrs) y 30 min. TS |
| III | 4 | TE y 1 hr. TS |
| IV | 2 | TE y 2 hrs. TS |
| V | 1 | TE y 4 hrs. TS |
| VI | 1 | TE y 6 hrs. TS |
| VII | 3 | TSP 1hr |
| VIII | 1 | TSP 2 hrs |

Todas las muestras fueron ensayadas en una máquina universal Instron 8502, se realizaron mediciones de dureza en un durómetro Wilson series 50 y metalografías para análisis microestructural. Se atacó electroquímicamente con una solución de ácido clorhídrico al 10 % en alcohol etílico por 20 segundos con 4 volts y 15 amperes utilizando un trozo de grafito como cátodo. El análisis de porcentaje de fases y obtención de micrografías se hizo en un microscopio óptico Nikon Epiphot adaptado a una computadora con el analizador de imágenes Clemex. También se realizó microscopía electrónica en un MEB LEO modelo 440 a fin de caracterizar los carburos.

RESULTADOS Y DISCUSION

Se decidió aplicar 4 horas de envejecimiento y posteriormente hasta 4 horas de solución por los resultados obtenidos en un estudio anterior en el que se obtuvieron 498 MPa en esfuerzo a la cedencia, 1149 MPa en esfuerzo de tracción y hasta 25% en elongación [12]; evidentemente estos valores son excelentes y se busco encontrar algo parecido que permitiera estandarizar el procedimiento por lo que se aplicaron tratamientos similares. En adición se hicieron los tratamientos de disolución parcial buscando una nueva alternativa de mayor factibilidad económica.

La figura 1 muestra una imagen de la microestructura que tiene la aleación en condiciones de colada. La figura 2 muestra la evolución microestructural de la aleación con respecto al tratamiento combinado TE y TS (muestras II a VI). Desde la muestra en estado de colada hasta la de máximo tiempo de tratamiento térmico se puede observar como la disolución de carburos es progresiva hasta llegar al punto en que prácticamente desaparecen

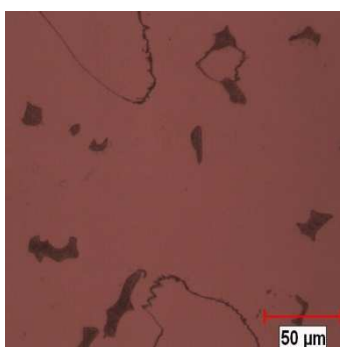


Figura 1. Muestra I, condición de fundición 400X

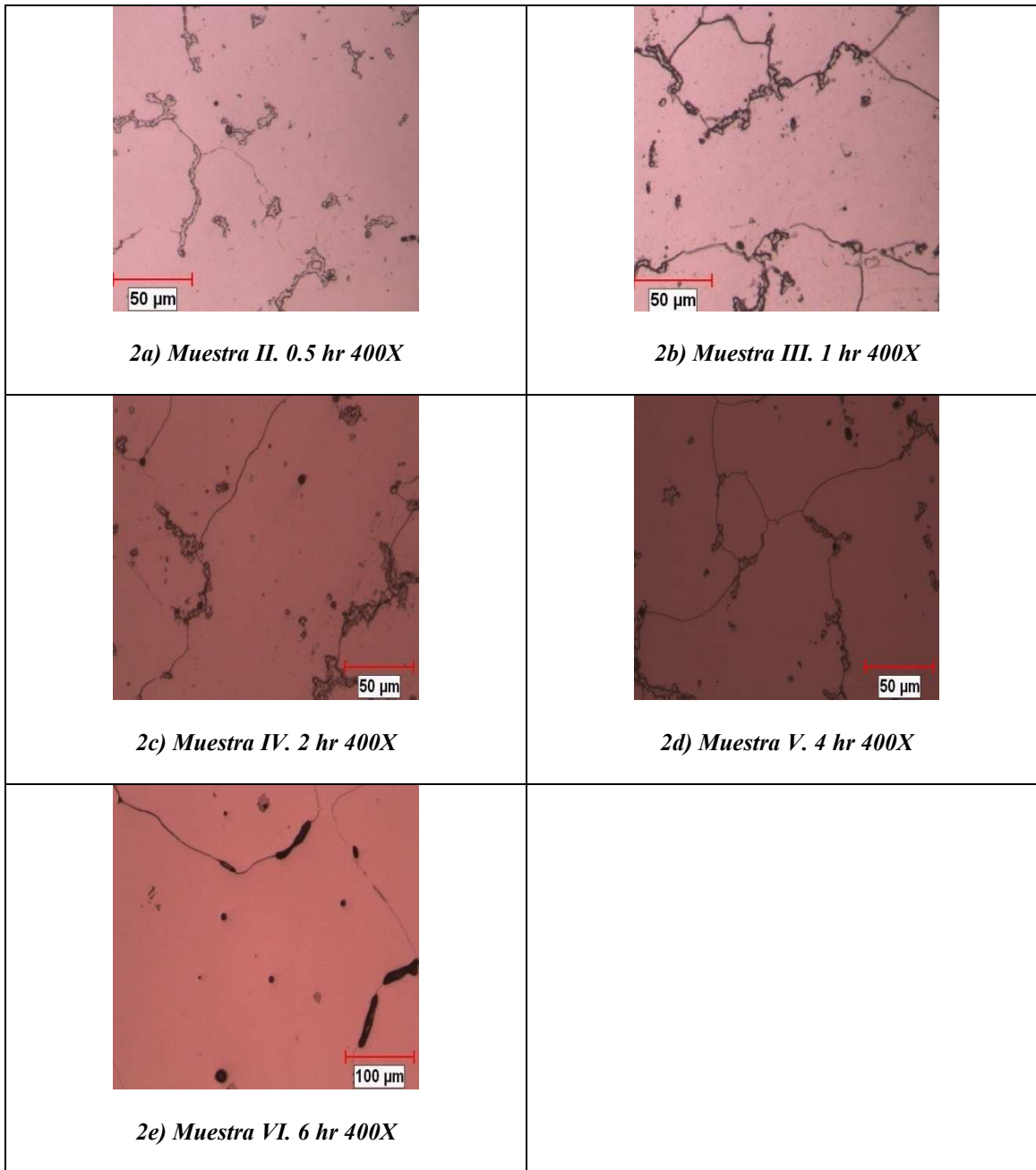
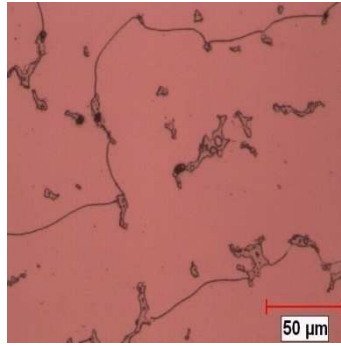
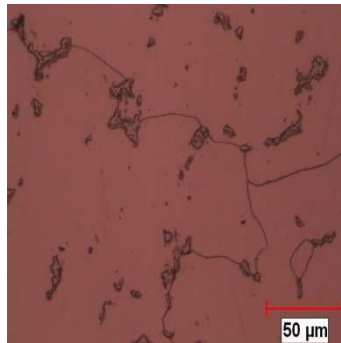


Figura 2. Evolución en la disolución de carburos según el tiempo en muestras con combinado TE y TS; los carburos laminares pasan a globulares antes de disolverse casi completamente.

La figura 3 muestra como después del TSP el contenido de carburos sigue siendo considerable, se ha disuelto una mínima porción de estos.



**3a) Muestra VII. 1 hr de TSP
400X**



**3b) Muestra VIII. 2 hr de TSP
400X**

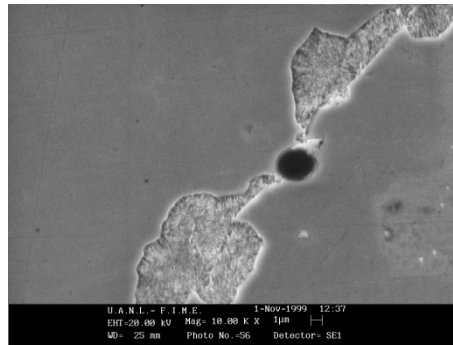
Figura 3. Evolución de disolución de carburos según el tiempo de TSP. Debido al tiempo de solución los carburos no se disuelven completamente, solo cambian su morfología de laminares a globulares.

La figura 4 muestra un comparativo de los carburos antes y después de la evolución morfológica propiciada por los tratamientos térmicos. En la imagen 4a) se observa un carburo de tipo laminar en condiciones de colada, además se de un poro formado durante la solidificación por gas atrapado. En la figura 4b) se puede ver como los carburos laminares transforman a globulares y comienzan a disolverse hasta el momento en que se templean.

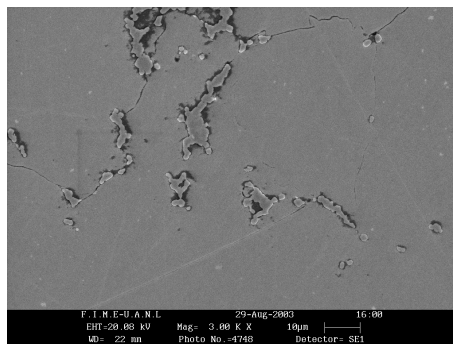
La tabla 3 muestra el cambio en fracción de área de carburos que fue determinada por medio de análisis de imágenes a metalografías. Nótese que conforme incrementa el tiempo de tratamiento térmico la fracción de área de ésta fase disminuye.

Tabla 3. Porcentaje de carburos.

| Muestras | % Carburos |
|-----------------|-------------------|
| I | 9 |
| II | 7.2 |
| III | 3.7 |
| IV | 2.2 |
| V | 2 |
| VI | 1.76 |
| VII | 4.14 |
| VIII | 3.86 |



4a). Carburo laminar en condición de colada.



4b) Carburos con morfología globular

Figura 4. Evolución morfológica de carburos laminares a globulares en tratamiento de solución.

La tabla 4 contiene un promedio de los resultados en propiedades mecánicas según las condiciones de las muestras. Hay que observar que todas las muestras están por arriba del valor mínimo requerido en resistencia a la cedencia y sólo la muestra 6 no cumple con la resistencia a la tracción. El principal problema (como ya se había mencionado) esta en la ductilidad y queda evidenciado al ver los porcentajes de elongación obtenidos.

Tabla 4. Resultados de pruebas Mecánicas.

| Muestras | YTS (MPa) | UTS (MPa) | % Elong | HRC |
|-----------|-----------|-----------|---------|-----|
| ASTM F-75 | 450 | 655 | 8 % | |
| I | 542 | 670 | 6.37 | 28 |
| II | 482 | 684 | 7.8 | 32 |
| III | 615 | 745 | 8.5 | 31 |
| IV | 610 | 741 | 8.3 | 21 |
| V | 516 | 712 | 16.7 | 26 |
| VI | 581.6 | 611 | 3.11 | 25 |
| VII | 581 | 695 | 8.7 | 30 |
| VIII | 578 | 676 | 7 | 30 |

En la figura 5 se resume la variación de resistencias a cedencia y tracción en función al tiempo de disolución para el tratamiento combinado. Es importante notar que la resistencia a la tracción solo aumenta durante la primera hora de tratamiento de solución, luego de esto comienza a disminuir conforme el tiempo de solución incrementa. Mientras tanto, la resistencia a la cedencia disminuye las primeras 4 horas de solución, pero a las 6 horas muestra un incremento.

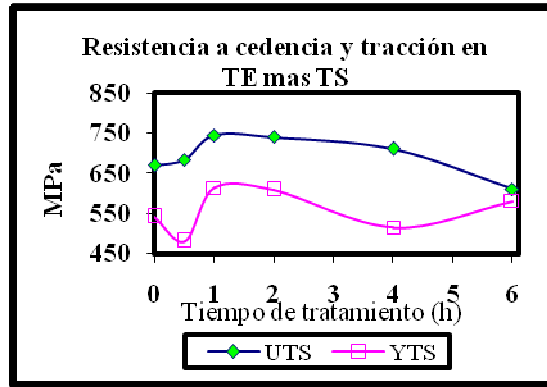


Figura 5. Comportamiento en resistencia a la tracción y cedencia en muestras con TE mas TS.

En la figura 6 se presenta la influencia del TSP en las resistencias a la tracción y cedencia, ambas incrementan su valor con respecto al de colada durante la primera hora, después disminuyen. Aun con la disminución los valores obtenidos están dentro de las especificaciones.

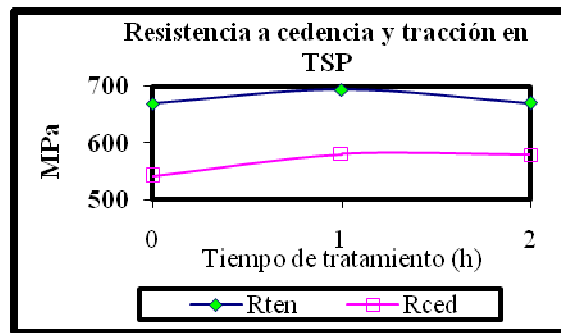


Figura 6. Resistencia a cedencia y tracción en función del tiempo de solución parcial.

En la figura 7 se presenta un gráfico que relaciona la fracción de carburos, tracción y cedencia para el tratamiento combinado, se observa que en la primera hora de tratamiento la elongación y dureza aumentan mientras el porcentaje de carburos decrece, esto puede ser debido al endurecimiento de la matriz que ocasiona la disolución de carburos. Como se esperaba, después de la primera hora la dureza comienza a disminuir y continúa con esa tendencia. Por otro lado la elongación sigue aumentando hasta alcanzar su máximo valor a 4 horas de tratamiento luego de lo cual disminuye drásticamente.

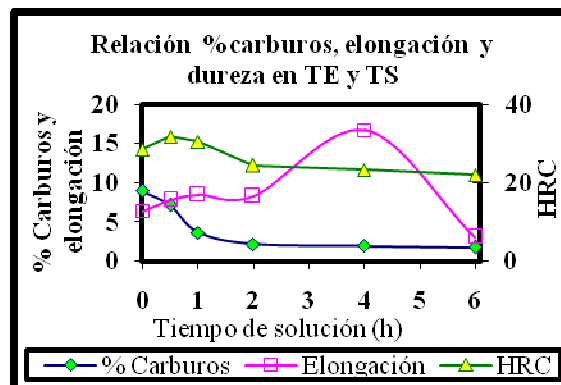


Figura 7. Influencia de porcentaje de carburos en elongación y dureza en muestras con TE y TS.

La figura 8 esquematiza la relación entre elongación, dureza y porcentaje de carburos para las muestras de TSP. Se tiene un comportamiento similar al combinado (muestras con tratamiento de envejecido previo) en el que incrementan la elongación y dureza durante la primera hora y después disminuye. El porcentaje de carburos siempre esta en descenso.

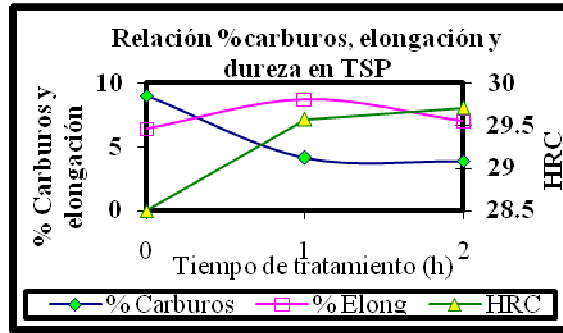


Figura 8. Influencia de porcentaje de carburos en elongación y dureza en muestras TSP.

Como los resultados muestran, los tiempos de tratamiento térmico largos no solo no mejora las resistencias a cedencia y tracción, si no que disminuyen; resultados similares fueron encontrados también por Herrera ^[4] y Sang-Hak Lee ^[6]

En cuanto la ductilidad, otros autores ^[6, 11] han encontrado que la elongación aumenta conforme incrementa el tiempo y temperatura de tratamiento de solución. Por otro lado, los resultados obtenidos en este estudio coinciden con los de Herrera ^[4], en donde la elongación del material crece durante las primeras dos horas de tratamiento para después disminuir considerablemente.

Se comprobó que el cambio de morfología de los carburos, resultado de tratamientos térmicos de disolución por cortos periodos de tiempo (una hora), incrementa la ductilidad y las resistencias a la cedencia y tracción, lo que hace que el material supere los valores establecidos por la norma ASTM F-75/98.

CONCLUSIONES

Se han realizado varios estudios para determinar el comportamiento de la aleación como consecuencia de los tratamientos térmicos y se ha obtenido una gran variación en los resultados, lo que lleva a las siguientes conclusiones:

1. Las muestras con tratamientos cortos de solución (1 y 2 horas), mostraron una transformación de carburos laminares en globulares que propiciaron propiedades mecánicas adecuadas a los requerimientos de la norma ASTM F75. Los mejores resultados fueron los obtenidos en las piezas con una hora de TSP.
2. Las pruebas mecánicas realizadas mostraron que un excesivo tiempo de disolución, disminuye las propiedades mecánicas considerablemente. Las muestras con disolución por 6 horas presentaron valores de elongación y resistencia a tracción muy pobres.

REFERENCIAS

- [1] Mirjana Metikos-Hukovic, Zora Pilic, Ranko Babic, Dario Omanovic. Influence of alloying elements on the corrosion stability of CoCrMo implant alloy in Hank's solution. Elsevier on behalf of Acta Biomaterialia Vol. 2, pags. 693 700, 2006.
- [2] H. S. Dobbs, J. L. M. Robertson. Heat treatment of cast Co-Cr-Mo for orthopaedic implant use. Journal of Materials Science, vol 18, pags 391-401. 1983.

- [3] R. N. J, Taylor, B. Waterhouse. A study of the ageing behaviour of a Cobalt based implant alloy. *Journal of Materials Science*, Vol. 18 1983, pags 3265-3280.
- [4] M. Herrera, A. Espinoza, J. Méndez, M. Castro, J. López, J. Rendon. Effect of C content on the mechanical properties of solution treated de fundicion ASTM F-75. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol 15, pags 1-5, 2004.
- [5] M. A. L. Hernández Rodríguez, Rafael Mercado, Alberto Pérez. Wear of cast metal-metal pairs for total replacement hip prostheses. Elsevier 2005, Vol 263 Pags. 1-6. 2005.
- [6] Sang-Hak Lee, Eiji Takahashi, Naoyuki Nomura, Akihiko Chiba. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of Ni- and C-free Co-Cr-Mo alloys for medical applications. *Materials transactions*, Vol. 46, págs 1790-1793, No. 8 2005.
- [7] L. E. Ramírez, M. Castro, M. Méndez, J. Lacaze, M. Herrera, G. Lesoult. Precipitation path of secondary phases during solidification of the Co- 25.5% Cr- 5.5% Mo- 0.26% C alloy. *Scripta Materiala*, vol 47, pag 811-816, 2002.
- [8] Z. de la Garza, M. Herrera-Trejo, M Castro, Z. Ramírez, M. Méndez, J. Méndez. Effect of Zr additions on mechanical properties of an ASTM F-75 alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol 10, pags 153-153, Abril 2001.
- [9] M. Caudillo, M. Herrera-Trejo, M. R. Castro, E. Ramírez, C. R. González, J. I. Juárez. On carbide dissolution in as-cast ASTM F-75 alloy. *Journal of Biomedical Materials Research*, vol. 59, pags 378-385, 2002.
- [10] J. R. Lane, N. D. Grant. Carbide in high temperature alloys. *Transactions of the A.S.M.* vol 44, pags 113-137, 1952.
- [11] Miguel Ángel Gómez López. Estudio del efecto de las condiciones de solidificación y del tratamiento térmico de solución sobre la ductilidad de las aleaciones ASTM F-75. Tesis de Maestría en Ciencias en Metalurgia no Ferrosa, CINVESTAV Saltillo 1996.
- [12] Cohen, R. M. Rose, J. Wulff. Recommended heat treatment and alloy additions for cast Co-Cr surgical implants. *Journal of Biomedical Materials Research*, vol. 12, pags. 935-937. 1978.
- [13] F75/98 Standar especificaaction for Cobalt -28Chromium - 6Molydenum Casting Alloy and Cast Products for Surgical Implants (UNS R300075). *ASTM Book of standards*, vol. 13.01, September 2001.