



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS**

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS

CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS

**ESTUDIO DE ACERO INOXIDABLE 316L DE USO
QUIRÚRGICO**

**TESIS PROFESIONAL PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRÍA EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

PRESENTA: ALFONSO MONZAMODETH ROMÁN SEDANO

DIRECTORES:

DR. ARTURO MOLINA OCAMPO

DR. OSVALDO FLORES CEDILLO

SINODALES:

DR. SERGIO ALONSO SERNA BARQUERA

DRA. MARISOL GÜIZADO RODRÍGUEZ

DR. HORACIO MARTÍNEZ VALENCIA

CUERNAVACA, MORELOS

ENERO 2019

Resumen

En este trabajo se estudió la causa de falla por picadura de tornillos de uso quirúrgico disponibles comercialmente para implante en uso veterinario. Dos muestras de acero inoxidable de lotes diferentes que se asume cumplieron los requisitos establecidos por la norma ASTM F 139, para el uso quirúrgico, mostraron desempeños diferentes, algunos de ellos presentaron corrosión por picadura; el resto no presentó el problema mencionado. Se clasificó el acero del cual fueron fabricados los tornillos, se realizaron análisis elementales semi-cuantitativos por medio de espectroscopia de energía dispersa de rayos X (EDS por sus siglas en inglés) para verificar los elementos presentes en la aleación, el resultado fue una composición química correspondiente al acero austenítico 316. Ambos materiales con y sin picadura fueron caracterizados por metalografía en campo oscuro y campo claro. Se observó precipitación masiva en el implante dañado. Para complementar el estudio se analizaron los tornillos mediante microscopia electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés), encontrando en las muestras con falla, picaduras a lo largo de toda la matriz y una aparente deformación direccional. Mediante análisis cuantitativo elemental vía absorción atómica, se obtuvo su composición química exacta de cada material, resultando en ambos casos (fallado y sin falla) que los tornillos se encuentran fuera de los rangos de composición química requeridos por la norma ASTM F 139. Finalmente, se realizó el ensayo de microdureza Vickers en ambos casos, los tornillos con falla presentaron una dureza mayor a los que no presentan falla, esto debido al aumento de precipitados que contiene el implante picado, ya que proporcionan mayores propiedades mecánicas como la dureza pero menor resistencia al picado en medios corrosivos.

Por otro lado, se estudió y propuso un rango de composición química y tipo de tratamiento térmico ideales teóricos para evitar la falla presentada en los implantes caracterizados. La propuesta se desarrolló considerando una

relación entre la composición química, el número equivalente de resistencia a la picadura (PRE por sus siglas en inglés) ambos anteriores establecidos en la norma ASTM F 139, el diagrama Schaeffler – Delong, tratamiento térmico y la energía de falla de apilamiento (SFE por sus siglas en inglés). Los cálculos por caracterización experimental de SFE en función de la composición química y tratamiento térmico fueron obtenidos de literatura, los porcentajes en peso de elementos obtenidos se utilizaron para calcular los valores de PRE, níquel equivalente y cromo equivalente, estos dos últimos pertenecientes al diagrama Schaeffler – Delong. Además se realizaron tres tipos de tratamiento térmico para demostrar experimentalmente su influencia sobre la corrosión intergranular. Como resultado se propuso la optimización de la composición química y el tratamiento térmico utilizando una red neuronal artificial por retropropagación del error. La optimización se realizó tomando en consideración la norma ASTM F 139 (composición química PRE), microestructura esperada predicha por el diagrama Schaeffler – Delong, el tipo de tratamiento térmico la SFE, controlando en éste último valores mínimos posibles.

Abstract

In this work, the pitting failure of commercially available surgical screws for implantation in veterinary use was studied. Two samples of stainless steel from different lots that were assumed accomplished the requirements for surgical use, showed different performances, some of them showed pitting corrosion; the rest did not present the mentioned problem. The steel from which the screws were manufactured was classified as stainless steel 316L. Semi-quantitative elemental analyzes were performed by means of energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) to verify the elements present in the alloy, the result was a chemical composition corresponding to the austenitic steel 316. Both materials with and without sting were characterized by dark field and light field metallography. Massive precipitation was observed in the damaged implant. To complement the screws were analyzed by scanning electron microscopy (SEM), finding in the samples with failure, pitting along the entire matrix and an apparent directional deformation. The atomic absorption elementary quantitative analysis was use for the elemental characterization, the exact chemical composition of each material was obtained, resulting in both cases (failure and without failure) that the screws are outside the ranges of chemical composition required by the ASTM F 139 standard. In the other hand, the Vickers micro-hardness test in both cases presented a greater hardness, this due to the increase in precipitates contained in the implant with pitting failure, since they provide greater mechanical properties such as hardness but lower resistance to pitting in corrosive media.

A theoretical ideal chemical composition and heat treatment range was proposed to avoid the failure presented in the characterized implants. The proposal was developed considering a relationship between the chemical composition, the equivalent number of pitting resistance (PRE) both earlier established in the ASTM F 139, the Schaeffler - Delong diagram, heat

treatment and the stacking fault energy (SFE). The calculations by experimental characterization of SFE as a function of the chemical composition and heat treatment were obtained from the literature, the percentages by weight of elements obtained were used to calculate the values of PRE, nickel equivalent and chromium equivalent, the last two belonging to the Schaeffler - Delong diagram. In addition, three types of heat treatment were carried out to experimentally demonstrate their influence on intergranular corrosion. As a result, the optimization of the chemical composition and heat treatment was proposed using a feed forward backpropagation artificial neural network (ANN). The optimization was carried out under the ASTM F 139 standard (chemical composition-PRE), expected microstructure predicted by the Schaeffler - Delong diagram, the type of heat treatment and the SFE, controlling in the latter minimum possible values.

Agradecimientos.

Investigación realizada gracias al apoyo de:

*Consejo Nacional de Ciencias y Tecnología (CONACyT), por otorgar la beca de estudios de posgrado para el alumno y autor del presente trabajo: Alfonso Monzamodeth Román Sedano (CVU 828336).

*Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas (CIICAP), Universidad Autónoma del Estado de Morelos.

*Instituto de Ciencias Físicas, Universidad Nacional Autónoma de México

*Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México.

A mi asesor el Dr. Arturo Molina Ocampo, por el impulso a la realización del trabajo, las enseñanzas en cursos de maestría, el apoyo en el proceso de la elaboración de tesis, personal y de libertad creativa. Así mismo por el apoyo en todas las actividades y alcances que se lograron en el presente trabajo.

A mi asesor el Dr. Osvaldo Flores Cedillo, por su confianza, su impulso para la realización del proyecto, su apoyo personal, académico, económico y la libertad creativa. Mi mentor de vida.

Al Dr. Horacio Martínez Valencia, por el espacio brindado en el laboratorio de espectroscopia, por apoyarnos a los alumnos en toda nuestra formación académica y siempre ser una familia en conjunto.

Al Dr. Bernardo Campillo Illanes por su apoyo personal, económico y académico, así mismo por las colaboraciones en distintos congresos y artículos de investigación y sus consejos.

Al Dr. Fermín Castillo Mejía, por su apoyo personal, enseñanzas en cursos de maestría, colaboraciones en proyectos de investigación y consejos personales.

Al Dr. Ulises Contreras, por su apoyo personal, académico y en relación a la donación de software necesario para este trabajo.

A la Ing. Itzel Reyes, por su apoyo en los análisis de mapeos en SEM y su colaboración en el congreso internacional de materiales en Cancún (2017 y 2018), el congreso internacional de metalurgia y materiales en Argentina (2018) y el congreso internacional de cómputo en optimización y software en Cuernavaca (2018).

Al Ing. Héctor Hinojosa Galván, por el diseño de diversas herramientas necesarias para el análisis de las fallas en los tornillos de implante.

Al M. en M. Gerardo Aramburo, por su apoyo incondicional en el laboratorio de postgrado de la Facultad de química en la UNAM.

Al M. en M. Sergio García, por su apoyo incondicional en el laboratorio de postgrado de la Facultad de Química de la UNAM y por la enseñanza de la manipulación de herramientas complementarias del microdurómetro y montadora de probetas.

A Iván Puente, por su apoyo incondicional en el laboratorio de microscopia electrónica de barrido, sus enseñanzas en cursos de SEM y análisis de muestras de tornillos de implante

Dr. Ciro Márquez, por su apoyo incondicional en el laboratorio de análisis químico por absorción atómica de la Facultad de Química en la UNAM.

Dedicatorias.

A mis padres, Dolores Sedano Flores y José Alfonso Román Sánchez, por ellos y para ellos.

AL:G:D..G..A:D:U:

Índice.

Resumen.	i
Abstract.	iii
Agradecimientos.	v
Dedicatorias.	vii
Índice.	viii
Lista de abreviaturas.	xiii
Lista de tablas.	xvii
Lista de figuras.	xviii
Capítulo 1.	1
Introducción.	1
Planteamiento del problema.	4
Justificación.	4
Hipótesis.	4

Objetivos.	5
Capítulo 2 Marco teórico.	6
2.1. Aceros inoxidable.	6
2.1.1. Aceros inoxidable ferríticos.	7
2.1.2. Aceros inoxidable martensíticos.	8
2.1.3. Aceros inoxidable dúplex.	8
2.1.4. Aceros inoxidable endurecidos por precipitación.	9
2.1.5. Aceros inoxidable austeníticos.	9
2.1.6. Estudios sobre los aceros inoxidable austeníticos.	11
2.2. Norma para el diseño de implantes ASTM F 139.	13
2.3. Diagrama Schaeffler – DeLong.	14
2.4. Energía de falla de apilamiento.	15
2.5. Redes neuronales artificiales.	17
2.5.1. Funciones de activación.	19

2.5.2. Entrenamiento supervisado y no supervisado.	21
2.5.3. Retropropagación (Backpropagation).	22
2.5.4. Aplicaciones en la ciencia y la tecnología.	22
Capítulo 3. Metodología experimental y desarrollo teórico.	23
3.1. Caracterización experimental de falla por picadura.	23
3.1.1. Primer análisis vía microscopia electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersa de rayos X.	23
3.1.2. Metalografía.	24
3.1.3. Análisis vía microscopia electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersa de rayos X.	25
3.1.4. Análisis elemental cuantitativo vía absorción atómica.	26
3.1.5. Ensayo de microdureza Vickers para caracterización de falla.	26
3.2. Optimización de composición química.	28
3.2.1. Restricciones impuestas por la norma ASTM F 139.	28
3.2.2. Diagrama Schaeffler – Delong.	29
3.2.3. Tratamiento térmico.	30

3.2.4. Ensayo de microdureza Vickers sobre muestras con tratamientos térmicos.	33
3.2.5. Diseño de red neuronal artificial (RNA).	34
Capítulo 4. Resultados.	39
4.1. Resultados de caracterización experimental de falla por picadura vía EDS.	39
4.1.1. Microscopia electrónica de barrido y análisis elemental cualitativo.	39
4.1.2. Análisis metalográfico.	42
4.1.3. Análisis sobre matrices de muestras vía análisis microscopia electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersa de rayos X.	44
4.1.4. Análisis elemental cuantitativo (absorción atómica).	53
4.1.5. Resultados del ensayo de microdureza Vickers (caracterización de falla).	54
4.1.6. Hipótesis sobre la falla por picadura del tornillo de implante de uso veterinario.	54
4.2. Optimización de composición química. (Parámetros considerados, experimentación y modelaje).	57
4.2.1. Condiciones de norma ASTM F 139 sobre diagrama Schaeffler-Delong.	57
4.2.2. Efecto del tratamiento térmico.	59
4.2.2.1. Tamaño promedio de precipitados visibles y efecto de tratamiento térmico sobre la microestructura.	60

4.2.3. Resultados del ensayo de microdureza Vickers (optimización de composición química).	63
4.2.4 Evaluación del desempeño de las distintas arquitecturas de redes neuronales artificiales creadas.	64
4.2.5. Desempeño de la red neuronal artificial seleccionada para la predicción de la energía de falla de apilamiento.	66
4.2.6. Propuesta de composición química y tratamiento térmico.	70
4.2.6.1. Solución a las ecuaciones correspondientes al área propuesta sobre el diagrama Schaeffler-Delong (cromo equivalente).	71
4.2.6.2. Solución a las ecuaciones correspondientes al área propuesta sobre el diagrama Schaeffler-Delong (níquel equivalente).	77
4.2.7. El efecto del tratamiento térmico y la composición química sobre la energía de falla de apilamiento.	80
4.2.8. Mapeo de energía de falla de apilamiento sobre propuesta de composición química y tratamientos térmicos.	87
4.2.9. Composición química y tratamiento térmico propuestos.	89
4.3 Observaciones respecto de la falla por picadura y de la optimización de la composición química.	91
Capítulo 5. Conclusiones finales y recomendaciones-trabajos posteriores.	93
Referencias.	95
Apéndices.	103
Anexos	105

Lista de abreviaturas.

EDS (siglas en inglés)	Espectroscopia de energía dispersa de rayos X
SEM (siglas en inglés)	Microscopia electrónica de barrido
ASTM (siglas en inglés)	Sociedad americana para pruebas y materiales
PRE (siglas en inglés)	Número equivalente de resistencia a la picadura
SFE (siglas en inglés)	Energía de falla de apilamiento
316”L”	Significado de “L”: Low Carbon
TEM (siglas en inglés)	Microscopia electrónica de transmisión
MO	Microscopio óptico
CC	Cúbica centrada en el cuerpo
TCC	Tetragonal centrada en el cuerpo
HC	Hexagonal compacta
CCC	Cúbica centrada en las caras
LVM (siglas en inglés)	Fundición en vacío, bajo carbono

RNA	Red neuronal artificial
LHC (siglas en inglés)	Gran colisionador de Hadrones
USAI	Unidad de servicios de apoyo a la investigación y a la industria
FN (siglas en inglés)	Número de ferrita
SA	Solubilizado 1050°C, 1 hora, enfriamiento en agua
SH	Solubilizado 1050°C, 1 hora, enfriamiento en horno
SE	Solubilizado 1050°C, 1 hora, enfriamiento en agua, envejecido 650°C, 1 hora
10N1CO	10 neuronas 1 capa oculta
10N2CO	10 neuronas 2 capas ocultas
12N1CO	12 neuronas 1 capa oculta
15N1CO	15 neuronas 1 capa oculta
15N2CO	15 neuronas 2 capas ocultas
20N1CO	20 neuronas 1 capa oculta
20N2CO	20 neuronas 2 capas ocultas

C	Carbono
N	Nitrógeno
Si	Silicio
Mn	Manganeso
P	Fósforo
S	Azufre
Ni	Níquel
Cr	Cromo
Mo	Molibdeno
Nb	Niobio
Ti	Titanio
Fe	Hierro
M1	Muestra 1
M2	Muestra 2

HV (siglas en inglés)	Dureza Vickers
HRB	Dureza Rockwell B
MSE (siglas en inglés)	Mínimo error cuadrático
mJ/m ²	Unidad de energía de falla de apilamiento

Lista de tablas.

Tabla 1. Clase, clasificación y ejemplos de aceros inoxidables	7
Tabla 2. Rangos de composición química establecidos en la norma ASTM F 139	29
Tabla 3. Composiciones químicas de los tornillos con falla y sin falla	53
Tabla 4. Coeficiente de correlación para las funciones sigmoide e hiperbólica.	66
Tabla 5. Rango de predicción de la RNA.	70
Tabla 6. Rangos de Cr, Mo y Si en la norma ASTM F 139 y RNA propuesta.	71
Tabla 7. Calculo de Cr equivalente mínimo y máximo.	76
Tabla 8. Rangos de Ni, C, N y Mn en la norma ASTM F 139 y RNA propuesta.	77
Tabla 9. Rangos de composición química propuesta.	90

Lista de figuras.

Figura 1. a) Capa pasiva protectora b) Daño en la capa c) Regeneración inmediata de capa.	6
Figura 2. Microestructuras a) Ferrítica b) Martensítica c) Dúplex d) Austenítica envejecida (precipitados señalados).	10
Figura 3. Aceros inoxidable en el diagrama Schaeffler.	11
Figura 4. Diagramas a) Schaeffler b) Delong.	14
Figura 5. Redes cristalinas a) Dos capas (AB) b) Secuencia ABA (Arreglo HC) c) Secuencia ABC (CCC).	16.
Figura 6. Secuencias de apilamiento a) Secuencia perfecta ABCABC...CCC) b) Cambio de dirección ACBABC c) Defecto intrínseco, capa atómica removida (ACBCBACB) d) Defecto extrínseco, capa atómica adicionada (ACBCABC).	16
Figura 7. Arreglo de neurona.	18
Figura 8. Funciones escalón.	19
Figura 9. Funciones de activación a) Lineal b) Gaussiana.	20
Figura 10. Funciones de activación a) Sigmoide b) Hiperbólica.	21
Figura 11. Tornillos de implante a) Con falla b) Sin falla.	23
Figura 12. a) Tornillos de implante con cota b) Muestra montada y pulida c) Montadora de muestras.	24

Figura 13. a) SEM en operación de mapeos b) SEM utilizado, ubicado en la USAII, UNAM.	25
Figura 14. a) Limadura de tornillo de implante con falla b) Tornillos y herramienta de limadura nueva.	26
Figura 15. a) Microdurómetro SHIMADZU b) Posición de indentador sobre matriz c) Huella para medición.	27
Figura 16. Diagrama Schaeffler - Delong.	30
Figura 17. a) Tornillos de acero 316 nuevos b) Interior de mufla con material dentro para tratamiento c) Temperatura de solubilizado d) Temperatura de envejecido.	31
Figura 18. a) Software ImageJ b) Conteo y medición de precipitados visibles.	32
Figura 19. a) Reactivos: ácido nítrico, ácido clorhídrico y glicerina b) Preparación de reactivo gliceregia.	33.
Figura 20. Ejemplo de huella sobre SA.	33
Figura 21. Funciones de activación evaluadas.	35
Figura 22. Arquitectura de la red neuronal artificial a) 10N1CO b) 10N2CO.	36
Figura 23. Arquitectura de la red neuronal artificial a) 15N1CO b) 15N2CO.	37
Figura 24. Arquitectura de la red neuronal artificial a) 20N1CO b) 20N2CO.	37
Figura 25. Tornillos analizados en el SEM a) Con falla (Magnético) b) Sin falla (no magnético).	39
Figura 26. Tornillos analizados en el SEM a-b) Zona media c-d) Zona inferior e) Señalización de picadura.	40

Figura 27. Espectro del tornillo con falla por picadura.	41
Figura 28. Espectro del tornillo sin falla.	41
Figura 29. Tornillos vistos por MO en campo claro a) Con falla b) Sin falla.	42
Figura 30. Campo claro aumento 5X a) Con falla b) Sin falla.	43
Figura 31. Campo oscuro 5X a) Con falla b) Sin falla.	43
Figura 32. Campo oscuro, matriz con defectos.	44
Figura 33. Zona analizada y mapeos elementales (tornillo con falla).	46
Figura 34. Espectros EDS de la zona analizada del tornillo con falla a) 299 b) 300 c) 301 d) 302.	47.
Figura 35. Zona analizada y mapeos elementales (tornillo sin falla).	48
Figura 36. Espectros EDS de la zona analizada del tornillo sin falla a) 290 b) 291 c) 292 d) 293.	49
Figura 37. Matriz analizada vía SEM a) Electrones retrodispersados b) Electrones secundarios.	50
Figura 38. Cabeza de tornillo con picaduras y precipitados (diferentes aumentos) a) 200 b) 250 c) 500 d) 500 e) 1500 f) 2000.	51
Figura 39. Picadura y líneas de deformación (diferentes aumentos) a) 3000 b) 3500 c) 6000.	52
Figura 40. Gráfica de dureza Vickers.	55

Figura 41. Rango de norma graficados en diagrama.	57
Figura 42. Distribución normal de tamaño de precipitados a) SA b) SH c) SE.	61
Figura 43. Microestructuras de aceros con tratamiento térmico a-b) SA c-d) SH e-f) SE.	62
Figura 44. Gráfica de dureza Vickers.	63
Figura 45. Desempeño de la función sigmoide en las distintas arquitecturas de RNA a) SA b) SH c) SE.	64
Figura 46. Desempeño de la función hiperbólica en las distintas arquitecturas de RNA a) SA b) SH c) SE.	65
Figura 47. a) Arquitectura de la red neuronal artificial b) Función de activación tangente hiperbólica.	67
Figura 48. Comparación de valores de SFE caracterizados y predichos a-d) SA, SH, SE e-f) SA utilizando modelos reportados y RNA propuesta.	69
Figura 49. Evaluación de la función PRE.	72
Figura 50. Evaluación de la función Cromo equivalente.	73
Figura 51. Rango de norma graficados en diagrama.	80
Figura 52. Efecto de los elementos de aleación y tratamientos térmicos sobre la SFE (a) Carbono b) Nitrógeno c) Silicio d) Manganeso e) Fósforo f) Azufre.	84
Figura 53. Efecto de los elementos de aleación y tratamientos térmicos sobre la SFE a) Níquel b) Cromo c) Molibdeno.	85
Figura 54. Efecto de los elementos de aleación y tratamientos térmicos sobre la SFE a) SA b) SH c) SE.	86

Figura 55. SFE en el SA.	88
Figura 56. SFE en el SH.	88
Figura 57. SFE en el SE.	89
Figura A. Curva de calibración de ensayo de microdureza sobre muestra sin falla.	103
Figura B. Análisis cualitativo vía espectroscopia de energía dispersa de rayos X, realizado en la USAII, UNAM.	103
Figura C. Curva de calibración de ensayo de microdureza sobre SA.	104
Figura D. Curva de calibración de ensayo de microdureza sobre SE.	104

Capítulo 1. Introducción.

Los aceros inoxidable son aleaciones base hierro que contienen como mínimo 10% de cromo en peso, adicionalmente y acorde al tipo de serie que pertenezcan contienen elementos aleantes como son: níquel, molibdeno, manganeso, titanio, silicio, niobio entre otros. Desde principios del siglo XX han sido utilizados para diferentes aplicaciones donde se requieren propiedades de resistencia a la corrosión. Se clasifican en cinco series diferentes, siendo los aceros inoxidable: austeníticos, ferríticos, martensíticos, dúplex y endurecidos por precipitación (envejecidos). Dentro del diseño de aceros donde se requiere una alta resistencia a la corrosión, la serie de aceros inoxidable más utilizada es la 300, siendo el acero 304 el más utilizado debido a su diseño simple, es una su aleación base hierro con cromo, níquel y bajos porcentajes de carbono. Por otro lado, los aceros más utilizados en implantes son los aceros inoxidable 316 y 316L, son base hierro con cromo, níquel, molibdeno y contenidos de carbono menores al 304. La sociedad americana para pruebas y materiales (ASTM por sus siglas en inglés) estableció la norma F139 para el diseño de acero 316 en usos de implante considerando parámetros importantes de fabricación, como son la composición química mínima y máxima requerida, el número equivalente de resistencia a la picadura (PRE), tratamientos térmicos, fases microestructurales prohibidas y diferentes pruebas de resistencia a la corrosión en medios agresivos, entre otros parámetros. Dichos parámetros deben ser cuidadosamente controlados para evitar corrosión intergranular, alta susceptibilidad magnética, generada por reordenamiento atómico y fases microestructurales no deseadas.

Dentro de los estudios realizados sobre este tipo de aceros se ha estudiado el efecto del tratamiento térmico en las propiedades microestructurales, tales como tamaño de grano y nivel de sensitización (corrosión intergranular). Además dentro de los parámetros afectados por el tratamiento térmico,

composición química y porcentaje de deformación plástica también se encuentra la energía de falla de apilamiento (SFE por sus siglas en inglés). La SFE es un parámetro importante a considerar dentro del diseño de los aceros inoxidable austeníticos por su influencia en todas las propiedades presentes (cambios de fase, corrosión intergranular y susceptibilidad magnética). En los últimos 60 años se ha realizado investigación con diferentes técnicas para el cálculo de la SFE, algunos de ellos son caracterización por microscopio electrónico de transmisión (TEM por sus siglas en inglés), difracción de rayos X (XRD por siglas en inglés) difracción de neutrones, expresiones por análisis de datos experimentales (lineales multivariantes) y en la mecánica cuántica como la termodinámica computacional y "primeros principios".

En este trabajo se estudió la falla por picadura en implantes de acero inoxidable 316 de uso quirúrgico en el área veterinaria. Debido a la alta resistencia a medios agresivos que deben tener, los parámetros antes mencionados deben de ser estrictamente controlados. Con el objetivo de explicar la razón de la falla por picadura de los implantes, se realizó caracterización microestructural vía microscopía óptica en campo claro y oscuro, microscopía electrónica de barrido, espectroscopia de energía dispersa de rayos X, espectroscopia de absorción atómica y ensayo de microdureza Vickers.

Por otro lado se verificó el potencial del modelo de predicción basado en redes neuronales artificiales. Las redes artificiales son modelos matemáticos inspirados en las neuronas biológicas. Hoy en día tienen aplicaciones en diversos campos de la ciencia y tecnología debido a su eficiencia al representar procesos no lineales y así realizar predicciones con precisión, por ejemplo la predicción de propiedades mecánicas, corrosivas, tamaños de partículas, e incluso se aplican en el gran colisionador de Hadrones en la Organización Europea para la Investigación Nuclear (CERN antiguo nombre

en francés). Por lo tanto se entrenó una red neuronal artificial por retropropagación del error para ayudar a observar la influencia de la composición química y tratamiento térmico sobre la energía de falla de apilamiento.

Con ayuda del modelo predictivo propuesto se consideraron 5 parámetros para la optimización (propuesta de aleación de acero inoxidable austenítico 316 de uso quirúrgico).

1. Composición química requerida por la norma ASTM F 139
2. Condición de número equivalente de resistencia a la picadura (PRE) establecida en la norma ASTM F 139 ($\%Cr + 3.3 * \%Mo \geq 26$).
3. Diagrama Schaeffler-Delong. El cual tiene como objetivo brindar una predicción de fase o fases presentes en función de elementos aleantes.
4. Tratamientos térmicos. Debido a su influencia sobre el nivel de precipitación
5. Energía de falla de apilamiento. El cual es un parámetro que es afectado e influye al mismo tiempo en la corrosión intergranular, susceptibilidad magnética y cambios de fase microestructural.

La propuesta final fue evaluada por la red neuronal artificial para observar el cambio en la energía de falla de apilamiento en función del cambio de composición química propuesto, esto con el objetivo de observar las aleaciones propuestas teóricas con bajos niveles de energía. Adicionalmente se evaluó el efecto en la energía de falla de apilamiento de 9 elementos aleantes por separado para completar la propuesta teórica.

Planteamiento del problema.

Se presentan dos casos de tornillos implantados:

Caso 1: no se presentan problemas.

Caso 2: sufre problemas de picado.

Se requiere el análisis de la respuesta distinta, al tratarse de materiales que cumplen con las especificaciones para este uso.

Es necesario realizar el estudio para determinar las causas subyacentes para este comportamiento distinto de materiales aparentemente semejantes.

Justificación.

La razón de la elaboración de este proyecto surge del conocimiento de un problema de tornillos de acero inoxidable 316L de uso quirúrgico disponibles comercialmente, empleados en el área veterinaria. Dos muestras de acero inoxidable de lotes diferentes, que cumplen con los requisitos del uso quirúrgico muestran desempeños diferentes.

Hipótesis.

La diferencia en el desempeño puede ser inducida por: variación en el contenido de aluminio, fósforo, carbono, precipitación de carburos, excesiva deformación en frío (formación de fase martensítica) o en su defecto una deficiencia en el acabado superficial del material. Es posible emplear redes neuronales artificiales para proponer la composición química de elementos dentro del rango de norma para los aceros inoxidables de uso quirúrgico y optimizar su desempeño.

Objetivos.

General.

Estudiar el efecto de la composición química y características microestructurales en el desempeño del implante. Establecer parámetros de fabricación del acero 316L de uso quirúrgico.

Específicos.

- Caracterización microestructural por microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, análisis químico vía espectroscopia de energía dispersa de rayos X, absorción atómica y microscopía electrónica de transmisión.
- Caracterización mecánica mediante pruebas de dureza
- Uso de redes neuronales artificiales para predicción de comportamiento.

Capítulo 2. Marco teórico.

2.1. Aceros inoxidables.

En los principios del siglo XX el metalúrgico inglés Harry Brearly realizó investigaciones con el objetivo de mejorar las aleaciones que se tenían para proteger los cilindros de los cañones. El resultado obtenido por Brearly fue encontrar aceros con cromo agregado y contenido de carbono bajo que eran resistentes a la oxidación, más resistentes que los usados en ese tiempo, basados en aleaciones de hierro-níquel. En el 1912 Strauss y Maurer (investigadores Alemanes) patentaron dos grupos de aceros inoxidables al cromo-níquel de bajo contenido de carbono lo clasificaron "18-8", dando comienzo a una variedad de aplicaciones para este tipo de aceros [1-4]. Los aceros inoxidables son un tipo de aceros base hierro que contienen cromo en una cantidad desde 10% a incluso en algunos casos 30%. Se les llaman inoxidables debido a que el cromo como elemento principal aleante, en presencia de condiciones oxidantes forma una capa pasiva de óxido de cromo uniforme, continua, insoluble, autoregenerativa e impermeable (no porosa). En la figura 1 se observa la característica regenerativa de la capa protectora, dicha propiedad se obtiene de manera inmediata en un medio oxidante por la reacción del cromo. Además tiene como característica ser

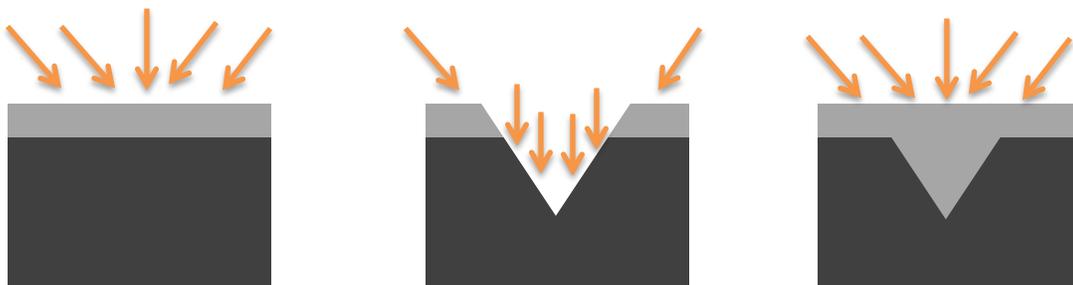


Figura 1. a) Capa pasiva protectora b) Daño en la capa c) Regeneración inmediata de capa.

transparente y brillante, lo cual le da a este tipo de aceros su aspecto característico, inmaculado (stainless), denominación que se usa en el idioma inglés [1-4].

Las aplicaciones principales de estos aceros son en medios corrosivos agresivos. Se clasifican en 5 familias: aceros inoxidables ferríticos, martensíticos, dúplex (fase austenita mas ferrita), endurecidos por precipitación (envejecido) y austeníticos. El instituto Americano del hierro y el acero (AISI por sus siglas en inglés), clasificó estos aceros por serie, correspondiente al tipo de familia. En la tabla 1 se muestran las diferentes series de aceros inoxidables [1-4].

Tabla 1. Clase, clasificación y ejemplos de aceros inoxidables.

Clase	Clasificación AISI	Ejemplos de aceros
Ferríticos	Serie 400	409, 430, 434
Martensíticos		410, 420, 431
Dúplex		2304, 2205, 2507
Endurecidos por precipitación	Nombre comercial	17-4PH (630), 15-5PH, 15-7 MO
Austeníticos	Serie 200 y 300	304, 304L, 316, 316L, 321

2.1.1. Aceros inoxidables ferríticos.

Los aceros inoxidables ferríticos son los que se fabrican solo con la adición de cromo al hierro. Este elemento es un formador de fase ferrítica y por lo tanto mantiene una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (CC). Estas aleaciones son magnéticas debido a la red cristalina del hierro alfa. En relación al contenido de carbono, mantienen un porcentaje bajo para evitar la

formación de fase martensíticas en el tratamiento térmico e incluso en procesos termo mecánicos donde se presente deformación plástica [1-4].

2.1.2. Aceros inoxidable martensíticos.

La principal diferencia entre los aceros ferríticos y martensíticos es su contenido de carbono, en este caso es más elevado para poder generar durante el proceso de temple: la fase martensítica. Poseen una estructura tetragonal centrada en el cuerpo (TCC), al igual que los aceros inoxidable ferríticos, tiene propiedades magnéticas. Sus usos son principalmente aplicaciones donde se requieran mayor dureza y propiedades mecánicas altas, sin embargo, en consecuencia a su alto porcentaje de carbono, estos aceros no son utilizados en aplicaciones en medios corrosivos por la alta cantidad de precipitados Cr-C que se forman, produciendo inevitablemente el fenómeno de sensitización (corrosión intergranular) [1-4].

2.1.3. Aceros inoxidable dúplex.

Los aceros dúplex son aleaciones bifásicas, en específico, fases austenita y ferrita. El níquel y el nitrógeno estabilizan a la fase austenítica mientras que el cromo y molibdeno son estabilizantes de la fase ferrítica, logrando en conjunto un balance entre esas dos fases. Contiene propiedades similares anticorrosivas que los aceros inoxidable austeníticos pero con propiedades mecánicas mucho mejores. La resistencia a la corrosión bajo tensión y el picado también es mejorada por la combinación de ambas fases. Generalmente son utilizados en medios con contenidos de cloruros y temperaturas altas [1-5].

2.1.4. Aceros inoxidable endurecidos por precipitación.

Son aleaciones de hierro, carbono, cromo y níquel se caracterizan por tener buenas propiedades mecánicas, esto debido al tratamiento térmico de envejecido que se les aplica. El objetivo del tratamiento es formar precipitados, moléculas de carbono-cromo, que le proporcionan mejora en la resistencia mecánica. El proceso generalmente consta primero de un tratamiento de solubilización alrededor de 1000 °C, posteriormente el enfriamiento, puede ser de diferentes maneras según se requiera y por último se envejece el material, aplicando una temperatura de alrededor 400 a 600 °C. Debido a la presencia de fases austeníticas y martensíticas generalmente, contienen buena resistencia a la corrosión en ambientes moderados [1-4].

2.1.5. Aceros inoxidable austeníticos.

Son aceros que contienen como principales elementos aleantes al hierro, cromo y níquel. Poseen fase austenítica debido al elemento níquel, el cual es gamágeno, es decir, es estabilizante del hierro gama (fase austenítica). Su estructura cristalina es cúbica centrada en las caras (CCC), por lo tanto presentan propiedades paramagnéticas bajas. El uso de estos aceros se encuentra en aplicaciones donde la resistencia a medios altamente corrosivos es necesaria [1-4]. En general se pueden dividir en dos categorías:

- Serie 200. Aleaciones compuestas de cromo, manganeso, nitrógeno y níquel. Éste último se encuentra en porcentajes de concentración bajos, en ocasiones menores a 8%. La diferencia con la serie 300 se encuentra en el límite elástico principalmente, ya que presentan mayor valores sobre este parámetro mecánico.
- Serie 300. Compuestas de cromo, níquel. En el caso de esta serie el porcentaje de níquel puede ir desde 10% hasta 30% en peso. Algunos

de ellos contienen elementos como molibdeno, titanio, niobio, para mejorar su resistencia a la corrosión y el picado [1-4].

En general, la selección de aceros inoxidable se basa en el estudio de sus propiedades y por lo tanto la mejor elección para su aplicación. En la figura 2 se muestran las microestructuras características de las fases ferríticas, martensíticas, dúplex y austenítica envejecida (endurecida por precipitación) [4,5], así mismo en la figura 3 se observan las series posicionadas en el diagrama Schaeffler [6].

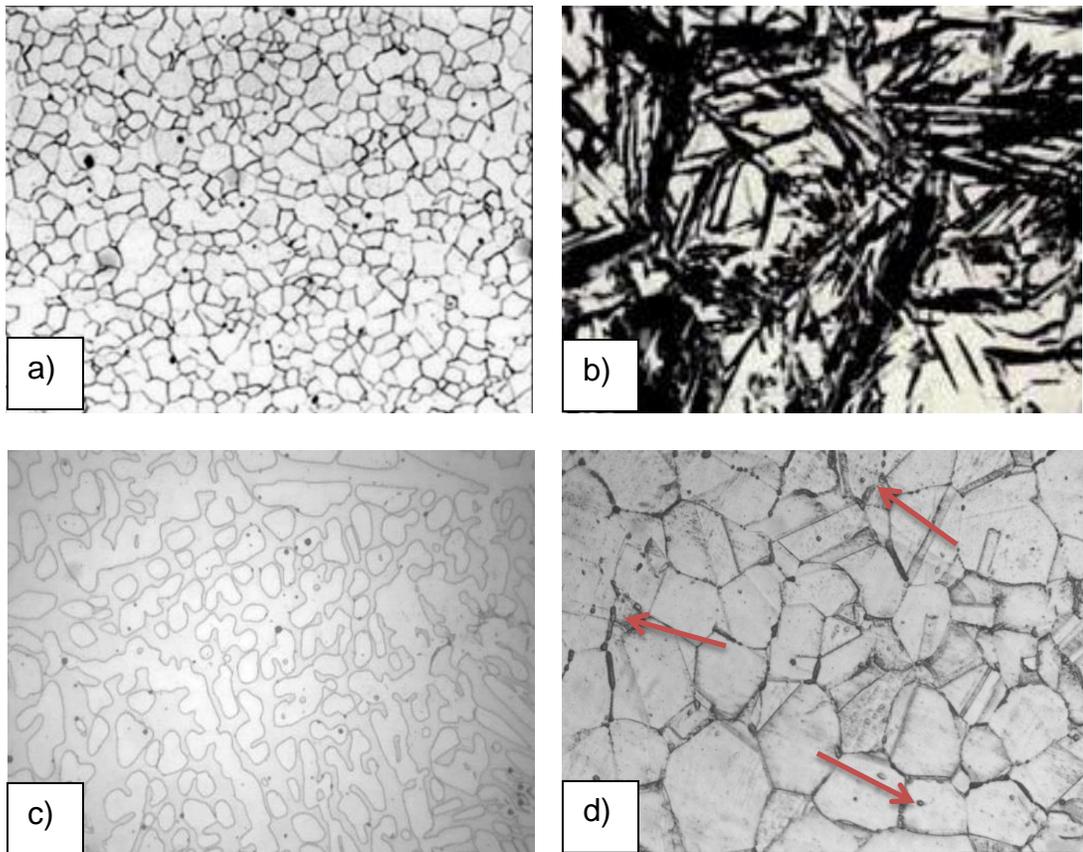


Figura 2. Microestructuras a) Ferrítica [4] b) Martensítica [4] c) Dúplex [5] d) Austenítica envejecida (precipitados señalados).

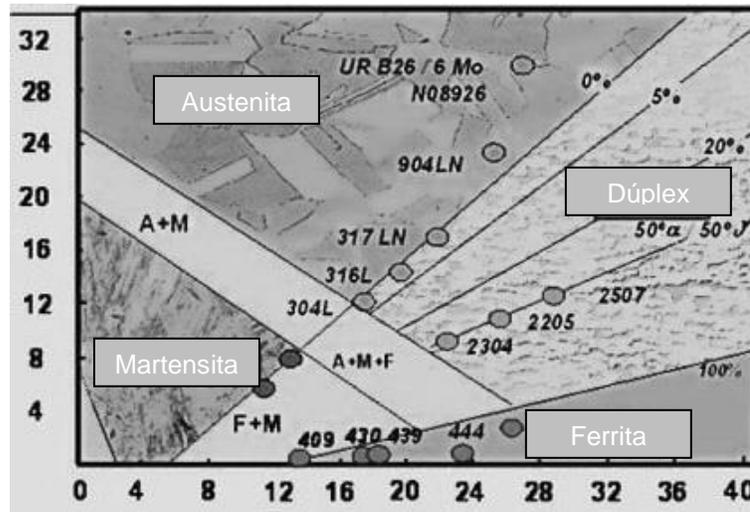


Figura 3. Aceros inoxidables en el diagrama Schaeffler [6].

2.1.6. Estudios sobre los aceros inoxidables austeníticos.

Los aceros más utilizados de esta serie son los 304, 304L, 316, 316L y 321, para diferentes aplicaciones pero principalmente para el diseño de material quirúrgico altamente resistente a medios agresivos. Debido al estudio sobre este material en este trabajo es inevitablemente necesario realizar una extensa revisión bibliográfica acerca de la investigación realizada sobre los aceros inoxidables austeníticos y en particular de los aceros 316 y 316L.

La investigación en el campo de la ciencia de materiales enfocado en los aceros inoxidables austeníticos, ha abarcado los problemas comunes que se presentan por efecto de diversas condiciones. Uno de los principales inconvenientes en el diseño de este tipo de materiales es la formación de precipitados. Mientras que para el caso de los endurecidos por precipitación este fenómeno es benéfico, para los aceros austeníticos como los 316 es un factor que se debe evitar, por lo que estos aceros contienen porcentajes de carbono muy bajos, logrando que el cromo y carbono precipiten en mínimas concentraciones. La formación de precipitados da lugar a un problema

conocido como pitting [8,9], se ha estudiado su comportamiento contra la corrosión combinando incluso aleantes como manganeso y molibdeno [8,9]. Algunos trabajos de investigación han reportado la precipitación bajo condiciones experimentales diversas, el efecto del carburizado a baja temperatura, activación electroquímica de medios agresivos, grabado electrolítico en ácido oxálico y reactivación potenciométrica electroquímica [9, 12]. Por otro lado el acabado superficial influye directamente en las propiedades anticorrosivas, debido a que si el pulido de la superficie del acero es grueso se forman “surcos”, donde los iones de cloruros pueden acumularse y dañar o destruir o parte de la capa pasiva generada por la reacción del cromo con medios oxidantes. Además se ha reportado que los parámetros de rugosidad pueden relacionarse con la corrosión localizada, por lo tanto, es esencial lograr tener un acabado superficial fino para evitar concentraciones de cloruros, y en consecuencia picado [13, 14].

El tratamiento térmico es un factor muy importante sobre el efecto de la microestructura de los aceros inoxidable. Se ha demostrado que el tamaño de grano cambia en función del tiempo, cuando es sometido a temperatura de austenización, disminuyendo la cantidad de precipitados conforme aumenta el tamaño. También temperaturas de trabajo de alrededor de 350 °C no producen sensitización, sin embargo, a los 500 °C comienza a generarse corrosión intergranular [15,16]. Por otro lado la velocidad de enfriamiento influye en la generación de precipitados. Los enfriamientos rápidos han demostrado porcentajes de sensitizado mucho menores que enfriamientos en horno o aire [15,16].

Finalmente, las propiedades magnéticas de los aceros inoxidable austeníticos dependen del ordenamiento atómico que se tenga en la red cristalina. Originalmente se dice que son materiales paramagnéticos, sin embargo, los cambios de fases generados por deformación plástica, tratamientos térmicos o concentraciones elevadas de elementos precursores

de fases martensíticas y ferríticas cambias las propiedades magnéticas [17-20]. Es importante mencionar que el comportamiento no se vuelve ferromagnético, ya que las fases con estas propiedades no abarcan todo el material, siendo zonas aleatorias en el acero con fases magnéticas, incluso puede decirse que la propiedad se vuelve súper paramagnética [17-20]. Muchos son los trabajos reportados acerca de los mecanismos que generan susceptibilidad magnética inusual alta en los aceros inoxidable austeníticos, de igual manera la caracterización de las fases magnéticas inmersas [17-20].

2.2. Norma para el diseño de implantes ASTM F 139 [21].

Dentro del apartado anterior se comentaron los principales problemas que conlleva el diseño de aceros inoxidable austeníticos. En particular para el uso de implantes existen normas que especifican los parámetros de fabricación de los mismos. Así, la norma ASTM F 139 [21] se enfoca en un tipo específico de acero inoxidable, el UNS S31673, también conocido como 316LVM (fundición en vacío, bajo carbono). Considerado de grado médico, el objetivo de fundirlo al vacío es lograr alta pureza y limpieza en la aleación [21]. Algunas de las especificaciones establecidas en la norma son:

- Manufactura (proceso de fabricación termomecánica)
- Acabado superficial
- Composición química
- Fases microestructurales restringidas
- Propiedades mecánicas mínimas
- Pruebas de resistencia a la corrosión en medios agresivos
- Biocompatibilidad

2.3. Diagrama Schaeffler – Delong [4, 22, 23].

La microestructura en función de los elementos químicos aleantes representa un caso de estudio importante para el control de fases. Diagramas para la predicción de estructuras han sido desarrollados desde el siglo XX. El diagrama Maurer es el primer diagrama que incorpora la predicción de microestructuras en función de aleaciones hierro-cromo-níquel de acuerdo a los porcentajes presentes. Posteriormente Anton Schaeffler (1919-2001), mejoró el diagrama incorporando más elementos de aleación, así mismo definió los conceptos de “cromo equivalente” y “níquel equivalente”, elementos alfégenos (generadores de fase ferrítica y elementos gamágenos generadores de fase austenítica) respectivamente [4, 22,23]. Por otro lado el diagrama Delong es una modificación derivada de la revisión del trabajo de Schaeffler, ya que fue necesario incluir el efecto del nitrógeno en la predicción de microestructuras. Así, el diagrama Delong predice el llamado “numero de ferrita” en función del nitrógeno presente [23, 24]. Es importante comentar que ambos diagramas son herramientas que tienen limitaciones y su uso debe ser analizado en condiciones solamente ideales. En la figura 4 se ilustran los diagramas Schaeffler y Delong, posteriormente las ecuaciones correspondientes al cromo y níquel equivalente en ambos casos (1), (2), (3), (4) [4, 23, 24].

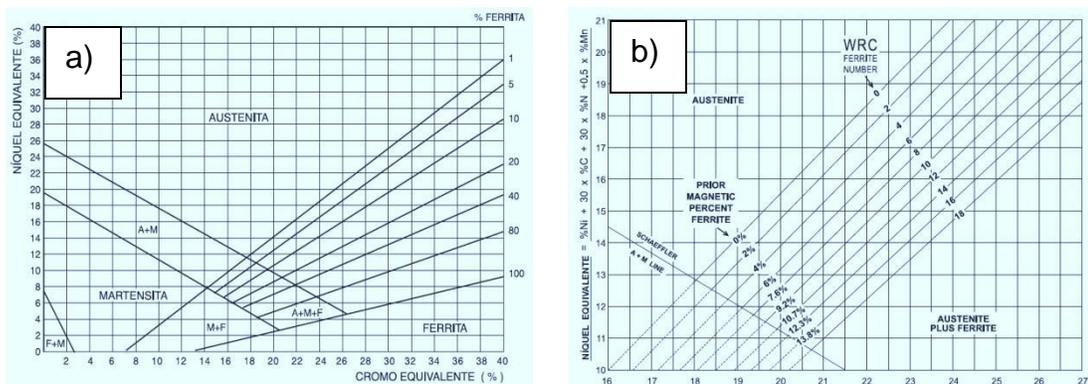


Figura 4. Diagramas a) Schaeffler b) Delong [4].

Diagrama Schaeffler.

$$Cr\text{ equivalente} = \%Cr + \%Mo + (1.5 * \%Si) + (0.5 * \%Nb) \quad (1)$$

$$Ni\text{ equivalente} = \%Ni + (30 * \%C) + (0.5 * \%Mn) \quad (2)$$

Diagrama Delong.

$$Cr\text{ equivalente} = \%Cr + \%Mo + (1.5 * \%Si) + (0.5 * \%Nb) \quad (3)$$

$$Ni\text{ equivalente} = \%Ni + (30 * \%C) + (0.5 * \%Mn) + (30 * \%N) \quad (4)$$

En la investigación de los aceros inoxidable, los diagramas antes descritos han sido utilizados para predecir la microestructura en función de condiciones experimentales diversas, demostrando su diseño basado en equilibrio termodinámico [25]. Generalmente son utilizados en procesos de soldadura de estos aceros para obtener aproximaciones de las fases que se tendrían mezclando los materiales de aporte y material base [4, 26]. La evaluación de los procesos de soldadura de tubos, efectos de tratamiento térmico en microestructuras, predicción de solidificación de fases, concentración de ferrita delta en aceros inoxidable austeníticos e incluso su implementación en Microsoft Excel son algunas aportaciones que han realizado actualmente los diagramas Schaeffler- Delong [27-29].

2.4. Energía de falla de apilamiento (SFE).

El apilamiento en las redes cristalinas representa la forma en que se encuentran las capas de átomos en la red cristalina. En la figura 5a se muestra un arreglo en el cual la primer y segunda capa ocupan las posiciones A (esferas verdes) y B (esferas rojas) respectivamente, la figura 5b que representa la secuencia ABA la cual pertenece a un arreglo HC. En la figura 5c se observa una secuencia de capas A, B y C (esferas azules)

respectivamente, este arreglo corresponde a una estructura CCC encontrada en aceros inoxidables austeníticos [30,31].

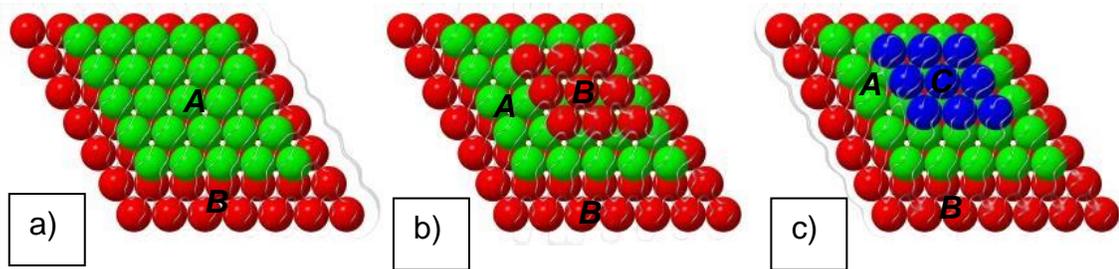


Figura 5. Redes cristalinas a) Dos capas (AB) b) Secuencia ABA (Arreglo HC) c) Secuencia ABC (CCC) [31].

La falla de apilamiento son zonas que presentan una estructura cristalina diferente a la original. En las estructuras CCC se presenta un arreglo como se muestra en la figura 6a. Por lo tanto las fallas de apilamiento aparecen en las redes CCC cuando se interrumpe la secuencia ABCABCABC... de apilamiento de planos compactos. Si el ordenamiento a partir de un cierto

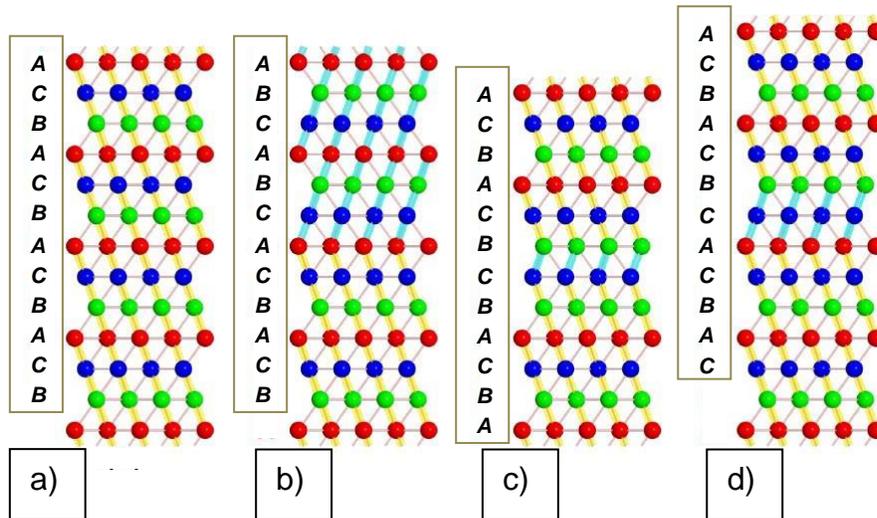


Figura 6. Secuencias de apilamiento a) Secuencia perfecta **ABCABC...CCC**) b) Cambio de dirección **ACBABC** c) Defecto intrínseco, capa atómica removida (**ACB CBACB**) d) Defecto extrínseco, capa atómica adicionada (**ACB CABACB**) [31].

plano pasara a ser ABABABA..., esa región tendría una estructura HC.

En la figura 6b se observa el caso de un cambio de dirección del arreglo. También existen defectos intrínsecos y extrínsecos que son capas removidas y adicionadas respectivamente como se observa en las figuras 6c y 6d [30,31]. Como los bordes de grano, las fallas de apilamiento son zonas de desorden atómico, en consecuencia acumulan energía [30,31]. Si se tiene un gran número de fallas de apilamiento se tendrá más SFE, por lo tanto, defectos como los precipitados en la frontera de grano, desorden atómico (presencia de fases ferríticas y martensíticas) producen una mayor reactividad en la red cristalina.

En los últimos 60 años, se han realizado varios trabajos con diferentes técnicas para determinar la SFE, entre ellos la caracterización por microscopía electrónica de transmisión (TEM) [16,32-38]; difracción de rayos X (XRD) [39-42]; difracción de neutrones [37,43]. Por otro lado, se han desarrollado expresiones mediante análisis multivariantes lineales de datos experimentales [16, 33, 35, 44-47] y también termodinámica computacional y simulaciones de los primeros principios de la mecánica cuántica [16, 38, 48-52]. Incluyendo un modelo reciente de una red neuronal bayesiana (BNN) para el cálculo de SFE desarrollado por Arpan Das [53]. Demostró que las predicciones fueron razonables en el contexto de principios metalúrgicos y otros trabajos en la literatura. Así, la energía de falla de apilamiento (SFE) es un parámetro físico importante para el diseño y caracterización de propiedades en aceros inoxidables austeníticos.

2.5. Redes neuronales artificiales.

Las redes neuronales artificiales son aproximadores no lineales que se basan en una fracción del complejo funcionamiento de las neuronas

biológicas. Una neurona artificial recibe “entradas” (representan datos de cualquier tipo, sean originales o provenientes de salidas de otras neuronas). Dicha entrada es transportada por una conexión con cierto nivel de “intensidad de señal” (peso) [54-57]. Dentro posee un valor de umbral para de igual manera ser ajustado. La sumatoria de las entradas ponderada por los pesos \pm el valor de umbral forman la activación. Ese resultado se conoce como “señal de activación”, ésta es procesada por una “función de activación” o “función de transferencia” generando la salida de la neurona. Actualmente los modelos de redes neuronales se basan en el trabajo propuesto por McCulloch y Pitts (1943) [54-57]. En la figura 7 se presenta el esquema de una neurona, en la cual recibe un conjunto de entradas ($x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$) que son afectadas por un “peso sináptico” ($w_1, w_2, w_3, \dots, w_n$), estableciendo intensidad de señal baja o alta. Además un valor de umbral “ θ ” (bias). La señal de activación “ a ” representa la suma ponderada de las entradas \pm el bias. Finalmente la salida “ y ” es la señal de activación evaluada

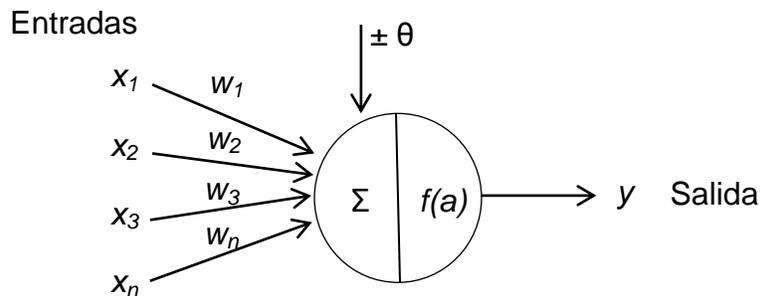


Figura 7. Arreglo de neurona.

en la función de activación $f(a)$. Teniendo así las siguientes expresiones (5) y (6) [54-57].

$$a = \sum_{i=1}^n x_i w_i \pm \theta \quad (5)$$

$$y = f(a) = f(\sum_{i=1}^n x_i w_i \pm \theta) \quad (6)$$

2.5.1. Funciones de activación.

La “función de activación” o “función de transferencia” produce la “salida” de la neurona, ésta limita el rango de valores de salida, ya que se tratan de funciones con cierto alcance de evaluación [54-57]. Las funciones mas utilizadas son:

- Función escalón: Se aplica generalmente a la neurona de McCulloch-Pitts ilustrada en la figura 8 [54-57].

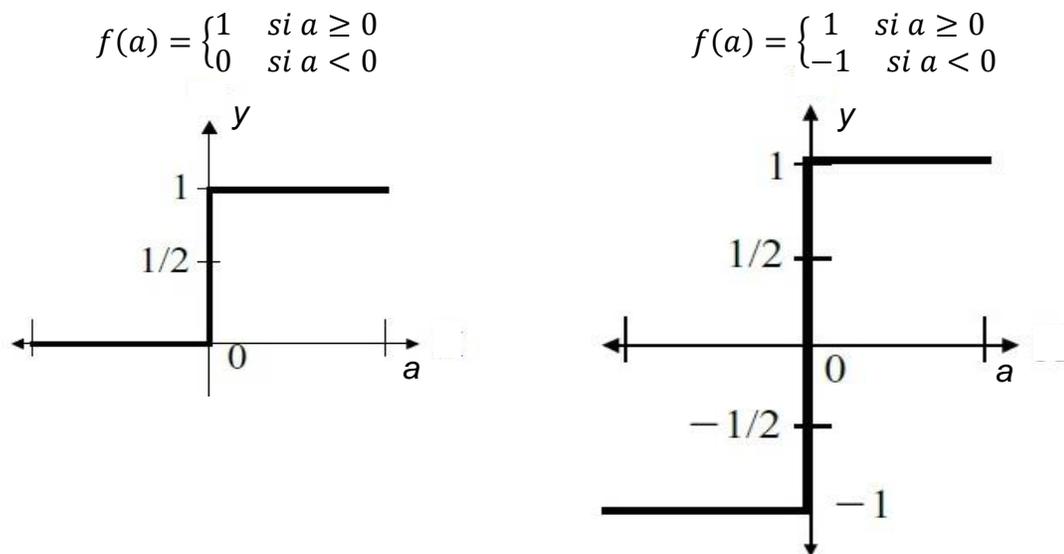


Figura 8. Funciones escalón [54].

- Función lineal: Es uno de los clasificadores más comunes en varios campos de la ciencia y tecnología, tienen como expresión: $f(a) = a$, se presenta en la figura 9a [54-57].

- Función de Gauss: Un tipo de función utilizado en redes con un solo nivel de neuronas, pueden reemplazar a las funciones sigmoideas (figura 9b) [54-57].

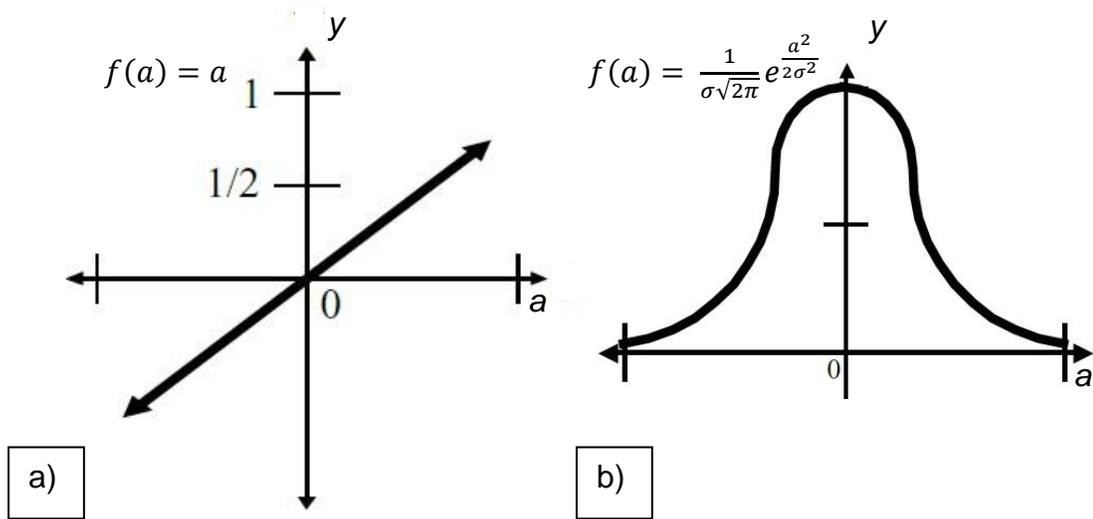


Figura 9. Funciones de activación a) Lineal b) Gaussiana [54].

- Función sigmoide: Se trata de la popular función en forma de “S” creciente, su comportamiento es suave, se ilustra en la figura 10a [54-57].
- Función tangente hiperbólica: Es utilizada cuando existen variaciones suaves de valores positivos y negativos de la señal, es la más empleada en entrenamiento supervisado (figura 10b) [54-57].

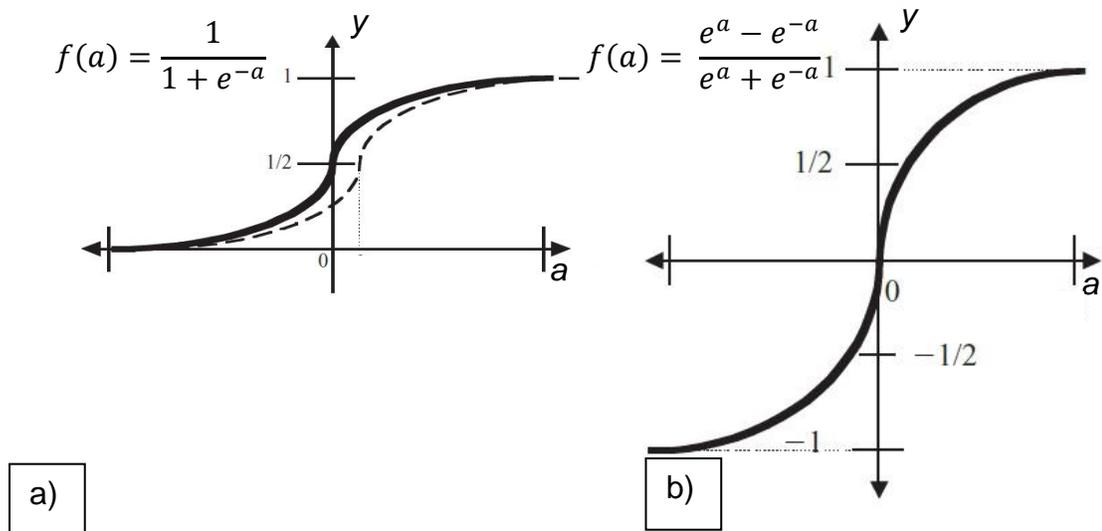


Figura 10. Funciones de activación a) Sigmoide b) Hiperbólica [54].

2.5.2. Entrenamiento supervisado y no supervisado.

- Supervisado. Es el más común de los entrenamientos. El usuario de la red neuronal toma el papel del instructor de la misma, que va enseñando proporcionándole información, en éste caso, entradas y salidas conocidas. Las salidas de la red neuronal se comparan con las que se conocen y se ajusta el error entre ambas, comúnmente las redes neuronales por retropropagación del error son de éste tipo [54-57]
- No supervisado. Los modelos que son entrenadas sin supervisión reciben el nombre de “redes competitivas”. No cuentan con la enseñanza de un instructor. Su principal funcionamiento es agrupar con mismas características datos de salida [54-57].

2.5.3. Retropropagación (Backpropagation).

Es un método que haya las derivadas de la función del error respecto a los pesos y bias (umbrales). Generalmente se utiliza el mínimo error cuadrático en este algoritmo, modificando los pesos y bias por cada presentación de datos (*epoch*) [54-57]. Consta de dos pasos, el *forward*, donde la señal se propaga partiendo por las entradas hasta las salidas y el *backward*, el cual procede una vez que se calcula el error entre la salida conocida y la predicha, se modifican los pesos y se propagan desde las salidas a las entradas [54-57].

2.5.4. Aplicaciones en la ciencia y la tecnología.

Hoy en día la programación de inteligencia artificial no resulta ser una tarea con la misma complicación que se tenía anteriormente, existen softwares tales como MATLAB que contienen interfaces para desarrollar estos métodos, también existen códigos abiertos como por ejemplo “TensorFlow” de google, “ONNX” de Microsoft y “ACUMOS” de proyectos de fundación Linux que permiten lograr el mismo objetivo [58-60]. Muchos tipos de modelos de redes neuronales artificiales han sido propuestos y evaluados en diferentes aplicaciones, tales como la predicción de propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión, tamaños de partículas, e incluso se aplican en el gran colisionador de hadrones (LHC por sus siglas en inglés) [61-66]. Por lo tanto, las redes neuronales artificiales han pasado a ser una herramienta poderosa para ayudar en los campos de la ciencia y tecnología, es importante comentar que a pesar de su alto rendimiento de predicción aún continúa mejorando el método, ya que se debe tener en cuenta que las predicciones son teóricas.

Capítulo 3. Metodología experimental y desarrollo teórico.

3.1. Caracterización experimental de falla por picadura.

Una vez conocido el problema de falla por picadura en algunos tornillos de implante, el primer objetivo fue determinar si se trataba de materiales iguales (tornillos con falla y sin falla), es decir, si sus componentes de aleación eran los mismos. Por lo tanto el primer análisis fue elemental cualitativo mediante espectroscopia de energía dispersa de rayos X.

3.1.1. Primer análisis vía microscopia electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersa de rayos X.

Las muestras sin falla y con falla fueron sometidas al SEM para buscar zonas de picadura en la superficie de los implantes. También se realizó un análisis elemental cualitativo para determinar sus elementos aleantes. En las figuras 11a y 11b se presentan los dos tipos de tornillos de implantes.

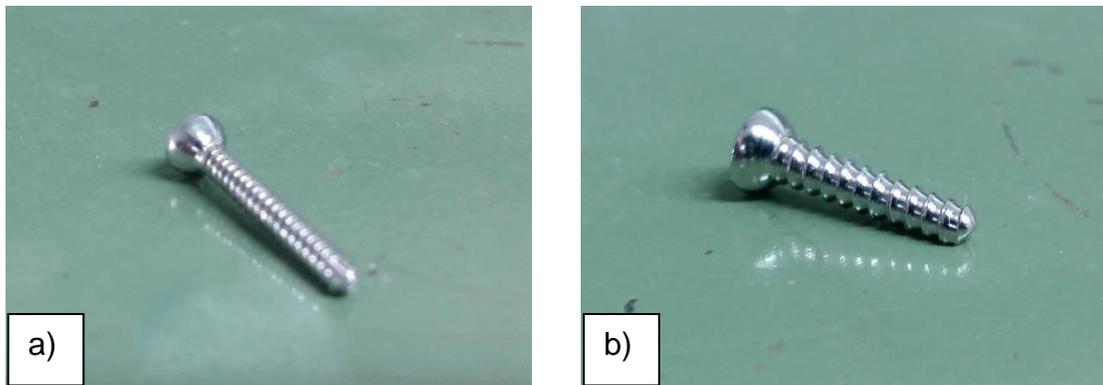


Figura 11. Tornillos de implante a) Con falla b) Sin falla.

Es importante mencionar que previo al análisis en el SEM y el elemental cualitativo se realizó una breve prueba magnética utilizando imanes de neodimio, lo anterior con el objetivo de observar si presentaban la característica de susceptibilidad magnética.

3.1.2. Metalografía.

Para observar el estado de la matriz, en busca de posibles precipitados, marcas de deformación y picaduras, los tornillos de implante fueron caracterizados por metalografía. Partiendo por montar en baquelita negra las muestras (tornillos) y posteriormente realizando el correspondiente pulido espejo. En la figura 12a se muestran los tornillos acotados, la figura 12b presenta las muestras montadas (ejemplo) y el equipo utilizado fue una montadora SIMPLIMET II, Buehler, mostrada en la figura 12c.

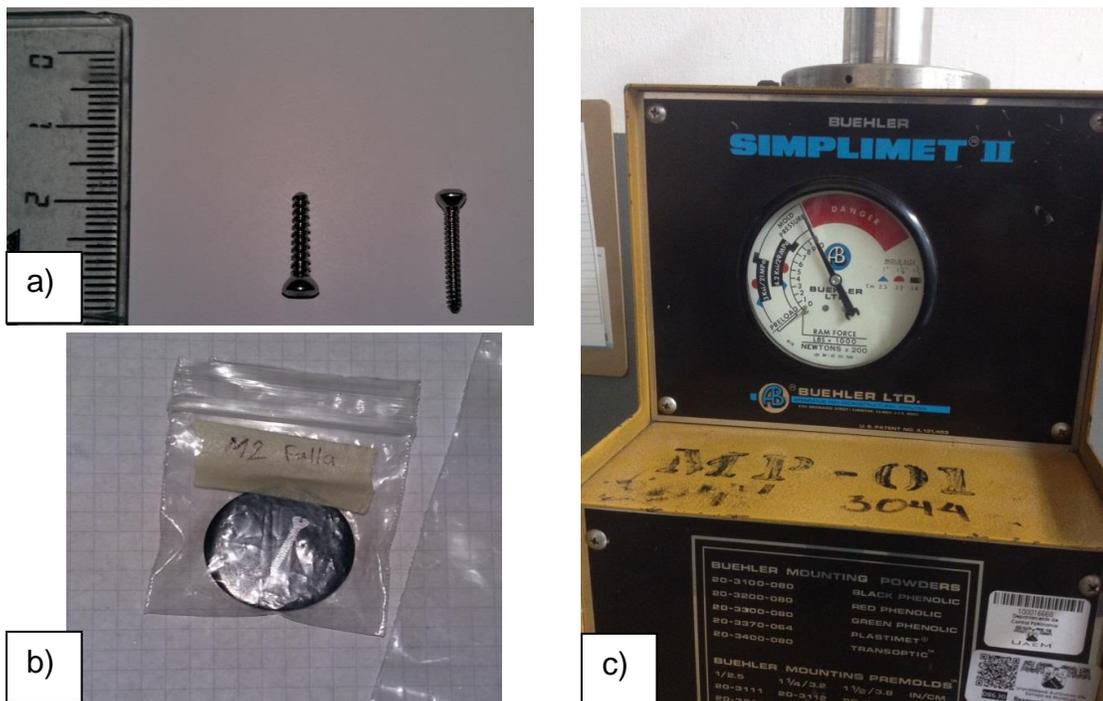


Figura 12. a) Tornillos de implante con cota b) Muestra montada y pulida c) Montadora de muestras.

3.1.3. Análisis vía microscopía electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersa de rayos X.

Una vez que se obtuvieron las muestras pulidas a espejo y se realizaron los análisis en el microscopio óptico (metalografía), lo siguiente fue observar en el SEM el estado de la matriz. Para éste análisis se tomaron imágenes a diferentes aumentos, enfoques puntuales de precipitados aparentes y mapeos de elementos, lo antes mencionado con el objetivo de buscar concentración de elementos segregados. La caracterización por espectroscopia de energía dispersa de rayos se utilizó para obtener análisis elementales cualitativos de los precipitados aparentes. En las figuras 13a y 13b se muestra el equipo utilizado (MEB JEOL JSM-5900LV, ubicado en la USAII, UNAM).

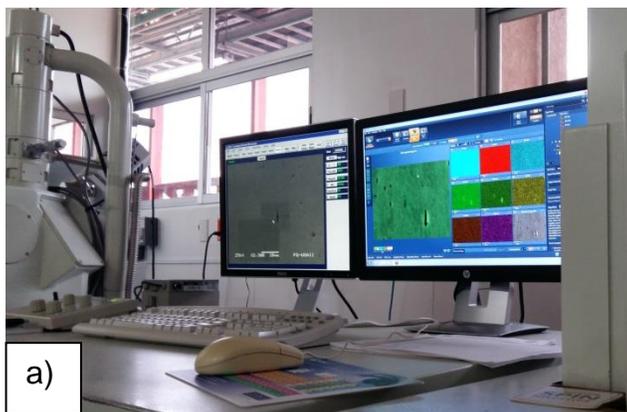


Figura 13. a) SEM en operación de mapeos b) SEM utilizado, ubicado en la USAII, UNAM.

3.1.4. Análisis elemental cuantitativo vía absorción atómica.

La técnica de espectroscopia por absorción atómica se realizó para obtener un análisis elemental cuantitativo, también proporcionado por la USAII, UNAM. En consecuencia del poco material proporcionado, el tornillo de implante que presentó falla fue limado para obtener polvo del acero, cuidadosamente extraído con herramienta nueva y limpieza vía acetona para evitar contaminación (mostrado en la figura 14a). Debido a que se obtuvo más cantidad de tornillos en buen estado, para el mismo análisis se utilizó uno en su totalidad. En la figura 14b se muestran ambos casos de tornillos de implante y la herramienta de limadura utilizada.

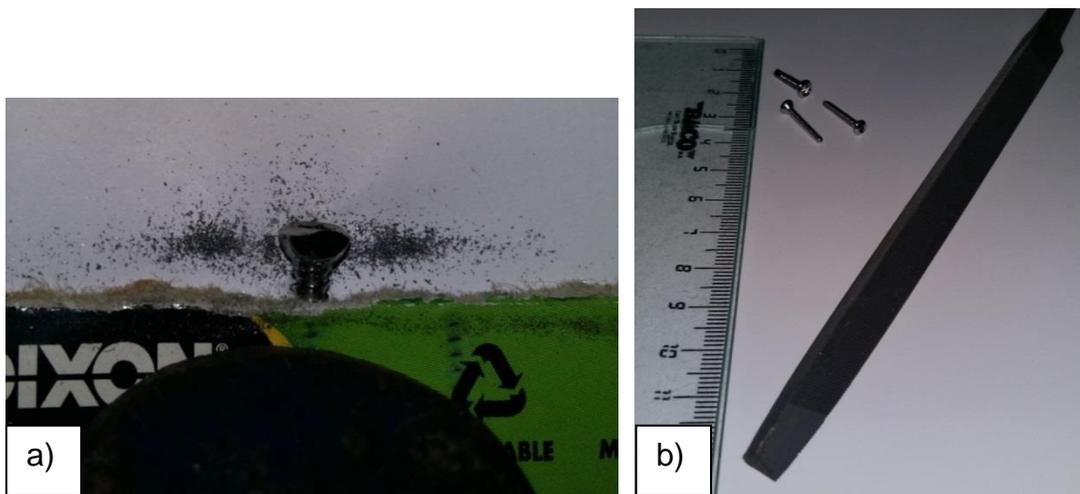


Figura 14. a) Limadura de tornillo de implante con falla b) Tornillos y herramienta de limadura nueva.

3.1.5. Ensayo de microdureza Vickers para caracterización de falla.

El ensayo universal de microdureza Vickers, es un proceso por el cual se mide la dureza de los materiales. Las cargas que se le dan varían dependiendo el microdurómetro utilizado. Su penetrador es una pirámide de diamante con un ángulo base de 136° . Para poder calcular el valor de dureza se utiliza la siguiente formula [67]:

$$HV = \frac{1.8544 * P}{d^2} \quad (7)$$

Dónde:

HV= Dureza (Vickers).

P= Carga (gramos).

d= Media aritmética de las diagonales d_1 y d_2 (μm).

El microdurómetro utilizado para éste ensayo fue un SHIMADZU, mostrado en la figura 15a. En la figura 15b se ilustra la posición del indentador y en la 15c un ejemplo de huella obtenida para su correspondiente medición.

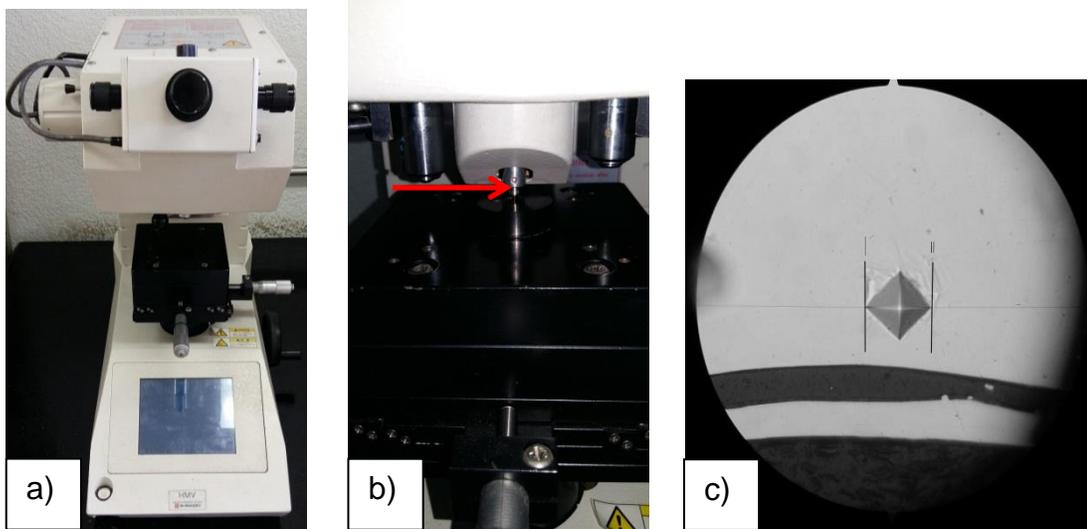


Figura 15. a) Microdurómetro SHIMADZU b) Posición de indentador sobre matriz c) Huella para medición.

Se realizó el ensayo sobre ambos casos de tornillo de implante para observar si existía un cambio en su dureza generado por el nivel de precipitación que se esperaba. Para determinar la carga de trabajo se

construyó la curva de calibración correspondiente, ésta se muestra en la figura A de la sección de apéndices.

3.2. Optimización de composición química.

El presente trabajo ofrece la propuesta teórica de un rango de composiciones químicas y tratamiento térmico ideales, posterior al proceso de aleación que son capaces de evitar la falla por picadura, transformación de fases no deseadas y precipitación masiva (carburos-cromo). Se utilizaron distintos factores que tienen una relación de comportamiento común. A continuación se muestra la secuencia de restricciones, herramientas y planteamiento de la estrategia para la propuesta de composición química.

3.2.1. Restricciones impuestas por la norma ASTM F 139.

La norma ASTM F 139 especifica los estándares de calidad para un acero inoxidable 316LMV para material de implante. En el capítulo 2 de este trabajo se mencionan los puntos más importantes que la norma establece para su fabricación. A continuación, en la tabla 1 se muestran los rangos de composición química exigidos por la norma, así mismo la condición de PRE requerida (ecuación 8). Ambos parámetros fueron considerados para la propuesta de composición química ideal.

$$PRE = \%Cr + 3.3 * \%Mo \geq 26 \quad (8)$$

Tabla 2. Rangos de composición química establecidos en la norma ASTM F 139 [21].

Elemento	Composición %Peso	Tolerancia bajo el mínimo o sobre el máximo
Carbono	0.030 Max	0.005
Manganeso	2.00 Max	0.04
Fósforo	0.025 Max	0.005
Azufre	0.010 Max	0.005
Silicio	0.75 Max	0.05
Cromo	17.00 – 19.00	0.20
Níquel	13.00 – 15.00	0.15
Molibdeno	2.25 – 3.00	0.10
Nitrógeno	0.10 Max	0.01
Cobre	0.50 Max	0.03
Hiero	Balanceado	

3.2.2. Diagrama Schaeffler – Delong [4].

Originalmente el diagrama Schaeffler fue diseñado para la predicción de microestructuras de soldadura de aceros inoxidable. Generalmente lo utilizan posicionando ambos materiales, el de aporte y el de base en el diagrama. Así, relacionando ambos pueden saber la microestructura esperada. Por otro lado, debido a su uso en aleaciones de este tipo, es posible también utilizarlo solo para un acero en particular, en función de sus elementos aleantes. El diagrama utilizado en este trabajo corresponde al

Delong, éste contiene correcciones del diagrama Schaeffler sobre estimaciones del número de ferrita (FN por sus siglas en inglés), ver en la figura 16. Es importante mencionar que éste diagrama que a continuación se ilustra fue utilizado en todo momento como parámetro para la propuesta de la composición química.

En función de los rangos de elementos aleantes especificados en la norma, el diagrama de la figura 16 fue utilizado para posicionar como primer paso la zona correspondiente a lo establecido en la norma, posteriormente del área antes mencionada se propuso una nueva. Dicha estrategia se muestra en el capítulo de resultados.

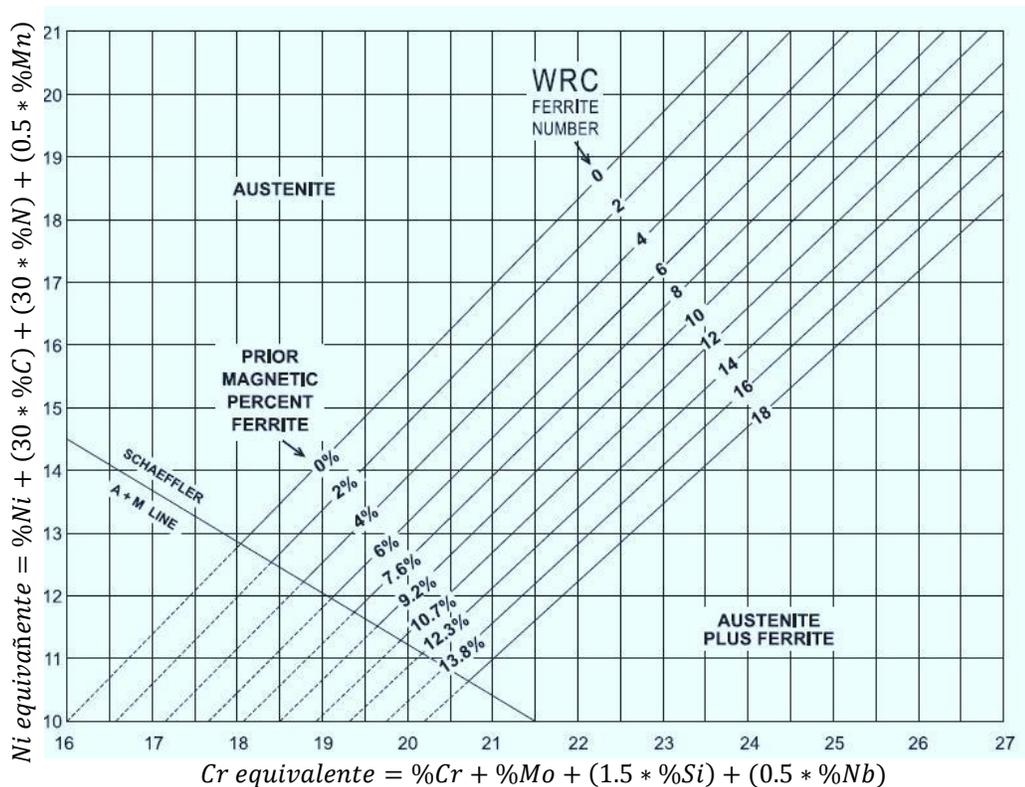


Figura 16. Diagrama Schaeffler - Delong [4].

3.2.3. Tratamiento térmico.

El efecto del tratamiento térmico sobre el tamaño de grano, formación de fases y nivel de precipitación ha sido estudiado en numerosas

investigaciones [15,16]. En éste trabajo con el objetivo de realizar una propuesta de composición química ideal, el tratamiento térmico también fue considerado un factor determinante. Para demostrar el efecto de éste parámetro y proponer uno en específico, se sometieron muestras de acero inoxidable 316 (tornillo comercial F593G316) a diferentes tratamientos térmicos. Los aceros sometidos fueron adquiridos por compra comercial, es decir, no forman parte de los tornillos de implante analizados. En la figura 17a se muestra el ejemplar del material tratado. Se realizaron tres tratamientos diferentes, partiendo de un solubilizado a 1050 °C durante una hora para disolver los precipitados, fases no deseadas y esfuerzos residuales presentes. Las tres condiciones diferentes de enfriamiento fueron las siguientes:

- Solubilizado: 1050 °C durante una hora y enfriamiento en agua (SA).
- Solubilizado: 1050 °C durante una hora y enfriamiento en horno (SH).
- Solubilizado: 1050 °C durante una hora, enfriamiento en agua y posteriormente tratamiento de envejecido a 650 °C durante 2 horas (SE).

El equipo utilizado para los tratamientos fue una mufla marca LINDBERG, se muestra en la figura 17b. También el tablero de control de temperatura es mostrado para el caso de solubilización y envejecido (figuras 17c y 17d).



Figura 17. a) Tornillos de acero 316 nuevos b) Interior de mufla con material dentro para tratamiento c) Temperatura de solubilizado d) Temperatura de envejecido.

Posterior a los tratamientos térmicos, las muestras fueron caracterizadas por metalografía. La caracterización se inició al tomar imágenes de precipitados visibles en campo claro. Utilizando el software ImageJ, se midieron para los tres casos de tratamiento térmico los tamaños de precipitados visibles, para determinar su promedio, esto en un área de 0.25 mm^2 por caso de tratamiento. En la figura 18a se muestra un ejemplo del software en operación para el SA, el mismo método de medición fue utilizado para demás tratamientos térmicos SH y SE. En la figura 18b se muestra el conteo de algunos precipitados visibles.

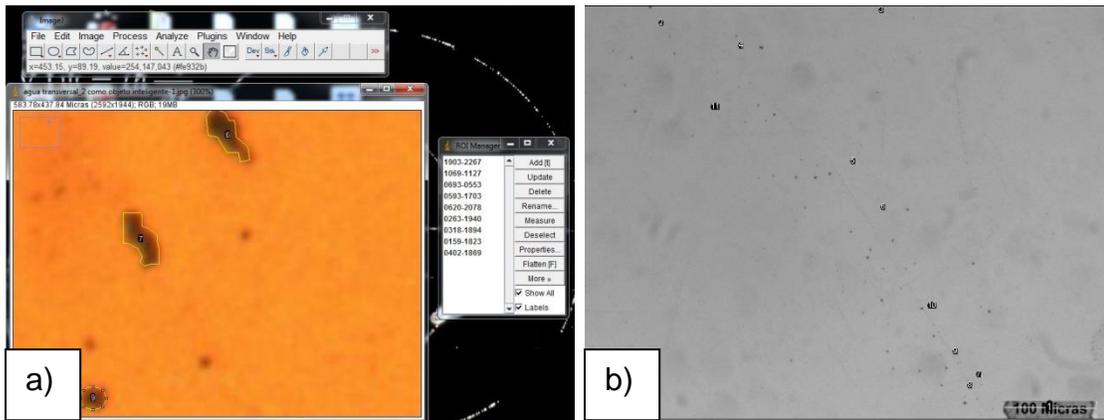


Figura 18. a) Software Image J b) Conteo y medición de precipitados visibles.

Una vez medidos los precipitados visibles, se preparó una solución de “gliceregia”, (mezcla de glicerina, ácido nítrico y ácido clorhídrico, a una proporción de 3:2:1 respectivamente), para realizar el revelado de microestructura y poder evaluar el nivel de sensitización (precipitación en la frontera de grano). En las figuras 19a y 19b se ilustran los reactivos antes mencionados. El reactivo resultante es uno de los más utilizados para éste tipo de revelado. Para reforzar la propuesta de composición química y tratamiento térmico se muestran las distribuciones obtenidas de tamaño de precipitados y microestructuras en el capítulo siguiente.

Adicionalmente para asegurar que el material obtenido comercial tratado fue un acero inoxidable 316, se realizó un análisis cualitativo vía espectroscopia de energía dispersa de rayos X, confirmando los elementos correspondientes a la aleación antes mencionada. En la figura B de la sección de apéndices se muestra el análisis, realizado en la USAII, F.Q.-UNAM.



Figura 19. a) Reactivos: ácido nítrico, ácido clorhídrico y glicerina b) Preparación de reactivo gliceregia.

3.2.4. Ensayo de microdureza Vickers sobre muestras con tratamientos térmicos.

Finalmente, dentro de la evaluación del efecto de los distintos tratamientos térmicos, se realizó el ensayo de microdureza Vickers, siguiendo la misma metodología del subtema 3.1.5. Así mismo se muestra el ejemplo de huella en una muestra tratada en la figura 20. Las curvas de calibración realizadas para el SA y SE se muestran en las figuras C y D de la sección de apéndices.

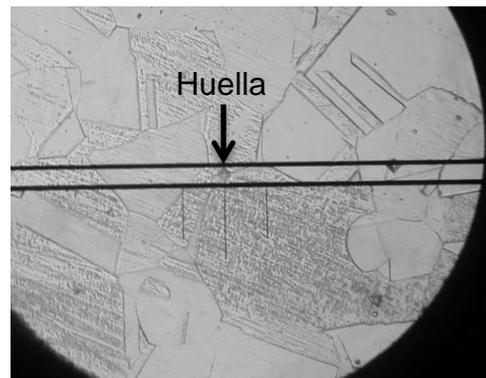


Figura 20. Ejemplo de huella sobre SA.

3.2.5. Diseño de red neuronal artificial (RNA).

El último parámetro considerado para la propuesta de composición química, es la energía de falla de apilamiento (SFE). En el capítulo 2 de este trabajo se presentó la importancia de este parámetro y las técnicas que se han realizado para su caracterización experimental, predicción en función de base datos y simulación por termodinámica computacional y primeros principios de mecánica cuántica. Para la predicción de la SFE se diseñó una red neuronal artificial por retropropagación del error. Los datos para el aprendizaje de la red fueron obtenidos del trabajo experimental de Yonezawa et al 2013 [16]. Es muy importante mencionar que se utilizó solo una base de datos para evitar cálculos con distintas técnicas de caracterización, ecuaciones lineales y aproximaciones teóricas por distintos métodos, ya que si algún parámetro de fabricación, deformación o técnica de caracterización es alterado, el valor de SFE es afectado directamente. La investigación de Yonezawa reportó cálculos por caracterización experimental vía microscopía electrónica de transmisión, para aceros inoxidables austeníticos. Realizó los tres tratamientos térmicos reportados en este trabajo para observar su efecto sobre la SFE.

El entrenamiento del modelo fue supervisado, por lo que, 33 datos seleccionados de composiciones químicas se utilizaron como entradas y 99 cálculos de SFE correspondieron a las salidas conocidas. La base de datos necesaria para la reproducción del trabajo se encuentra disponible en el repositorio Mendeley con el siguiente DOI: [10.17632/t2kr5b4965.1](https://doi.org/10.17632/t2kr5b4965.1). El primer paso para construir la RNA fue tomar los datos seleccionados del trabajo de Yonezawa et al. 2013 y normalizarlos desde 0-1. Posteriormente, se realizaron diferentes arquitecturas de RNA para evaluar el desempeño de los diferentes arreglos. La capa de entrada corresponde a las 33 composiciones químicas de las aleaciones en % en peso. Se evaluaron una y dos capas ocultas y finalmente, la capa de salida corresponde a 99 cálculos de SFE

para los tres tratamientos térmicos diferentes (SA, SH y SE). Para crear la RNA, los datos seleccionados se dividieron estocásticamente de la siguiente manera: 63, 12 y 12 para entrenamiento, validación y prueba, respectivamente. Para completar el desarrollo de RNA, los 12 últimos datos fueron simulados para la validación final.

Se evaluaron dos funciones de transferencia, sigmoidea e hiperbólica, variando el número de neuronas y capas ocultas, en la figura 21 se muestran las dos funciones utilizadas en las distintas configuraciones. . Las diferentes configuraciones de RNA se muestran en la figuras 22, 23 y 24.

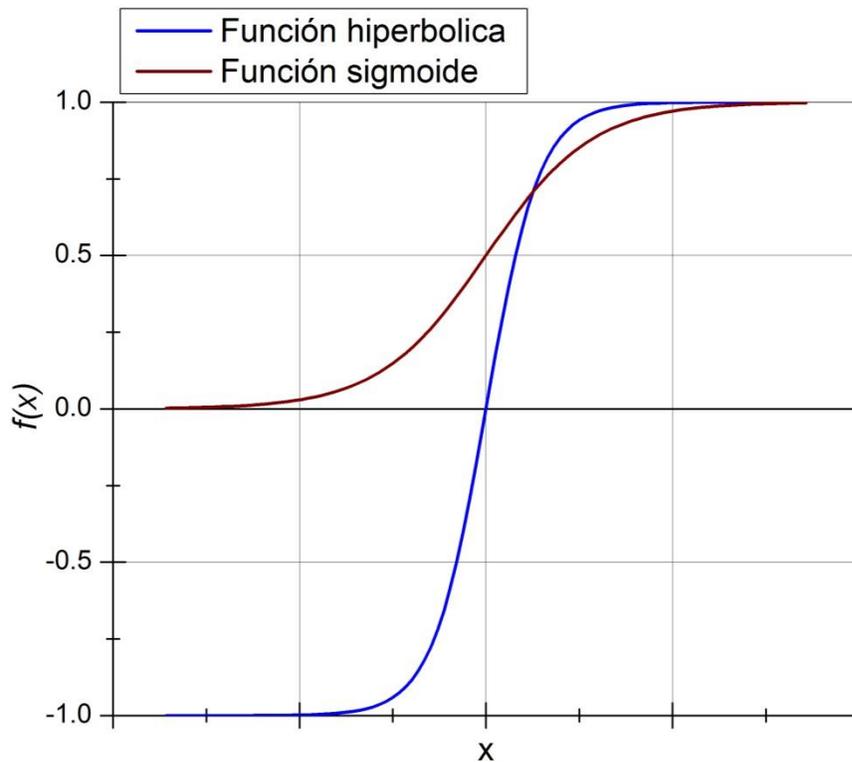


Figura 21. Funciones de activación evaluadas.

Sigmoides e hiperbólicas:

- 10 neuronas 1 capa oculta (10N1CO) y 10 neuronas 2 capas ocultas (10N2CO), (figuras 22a y 22b).
- 15 neuronas 1 capa oculta (15N1CO) y 15 neuronas 2 capas ocultas (15N2CO), (figuras 23a y 23b).
- 20 neuronas 1 capa oculta (20N1CO) y 20 neuronas 2 capas ocultas (20N2CO), (figuras 24a y 24b).

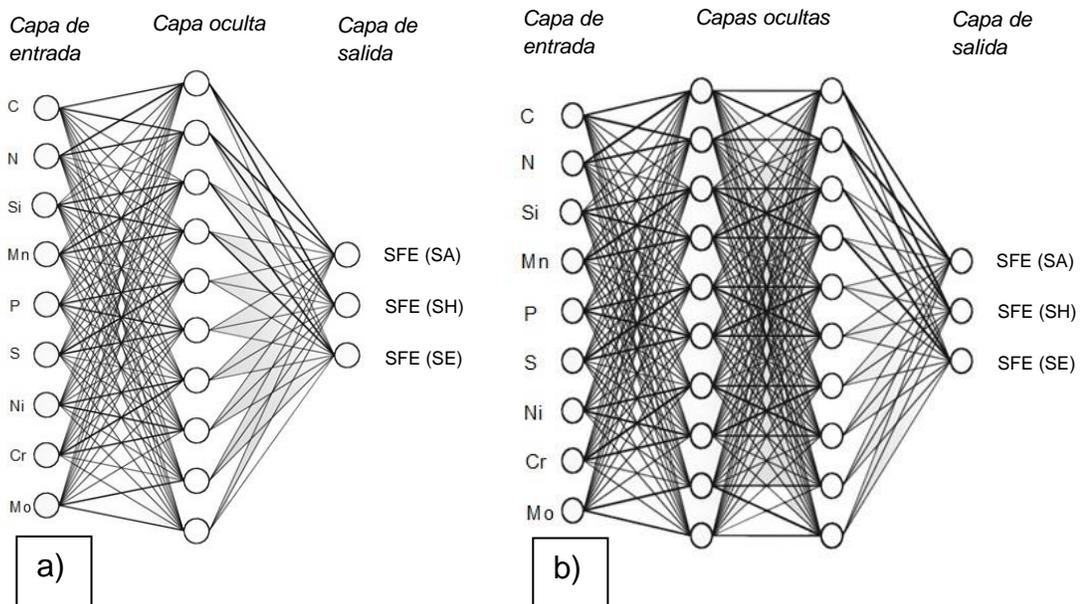


Figura 22. Arquitectura de la red neuronal artificial a) 10N1CO b) 10N2CO.

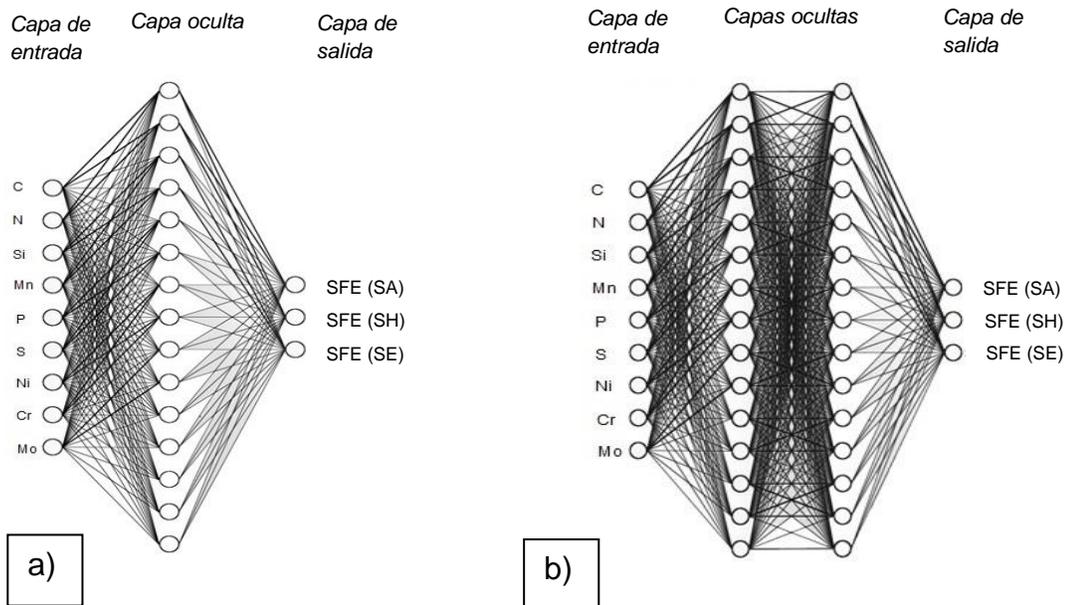


Figura 23. Arquitectura de la red neuronal artificial a) 15N1CO b) 15N2CO.

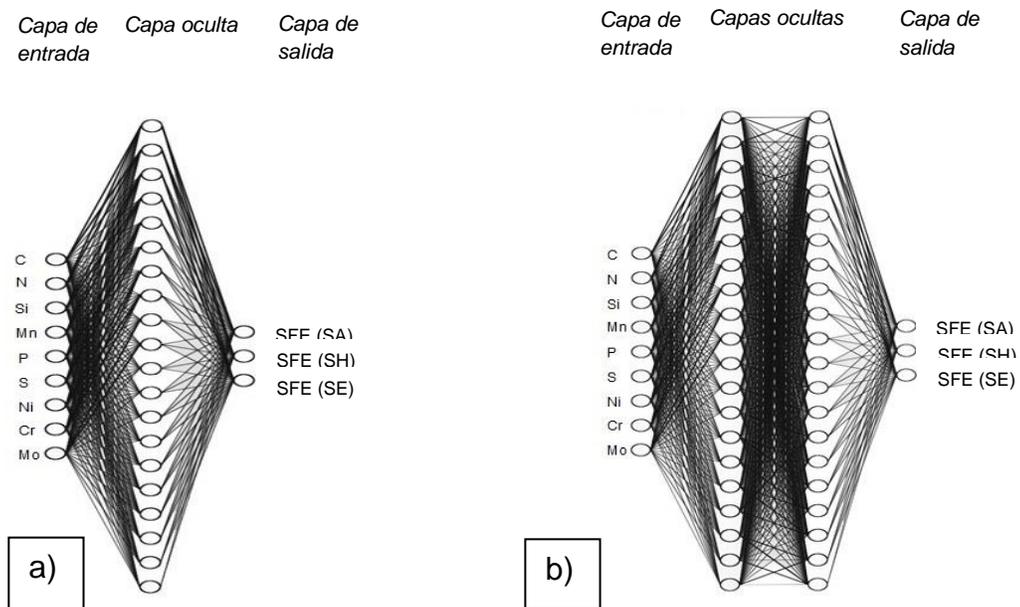


Figura 24. Arquitectura de la red neuronal artificial a) 20N1CO b) 20N2CO.

Finalmente, para obtener una convergencia rápida del modelo, se utilizó el método del gradiente-descendiente y el algoritmo implementado para este proceso fue el Levenberg-Marquardt [57, 68, 69]. Los datos de entrada (composiciones) y los de salida (SFE) fueron normalizados de 0-1.

Para realizar el entrenamiento supervisado correcto, los datos de entrada y salida fueron divididos en porcentajes, del total de datos disponibles se guardó el 15% para la simulación final. Por lo tanto en el programa se entrenó, validó y probó con el resto, siendo para el programa un 100%. Esta técnica se realiza para permitir a la red neuronal artificial aprender el comportamiento de los datos de manera abierta, sin que se acople sólo a paquetes de datos de entrenamiento. Los valores de simulación son evaluados directamente una vez que se tienen los pesos y bias configurados. Los valores numéricos antes mencionados se encuentran disponibles en el repositorio mendeley con el siguiente DOI: 10.17632/t2kr5b4965.1.

- Dentro del programa:
 - Entrenamiento: 70%.
 - Validación: 15%.
 - Prueba: 15%.
- Fuera del programa:
 - Simulación: 15%.

Capítulo 4. Resultados.

4.1. Resultados de caracterización experimental de falla por picadura vía EDS.

4.1.1. Microscopia electrónica de barrido y análisis elemental cualitativo.

En las figuras 25a y 25b se muestran ambos tornillos vía SEM. Se tomaron imágenes de ambos implantes para buscar diferencias en la superficie. Se encontraron acabados similares para ambos. Adicionalmente en las imágenes se especifica el tornillo que presentó susceptibilidad magnética mayor, el cual presentó falla por picadura. En las figuras 26 a-d se ilustra la zona inferior del tornillo con falla. Realizando un mayor aumento se observó una pequeña aparente picadura localizada en esa zona, la cual puede ser precursora de picado masivo de material (señalada en la figura 26e). En las figuras 27 y 28 se presentan los análisis cualitativos elementales para ambos casos, demostrando los mismos elementos presentes en la aleación. De esta manera se descartó la primer hipótesis planteada, la cual proponía que los tornillos de implante habían sido fabricados con diferentes elementos de aleación. Ambos tornillos, por los elementos encontrados fueron

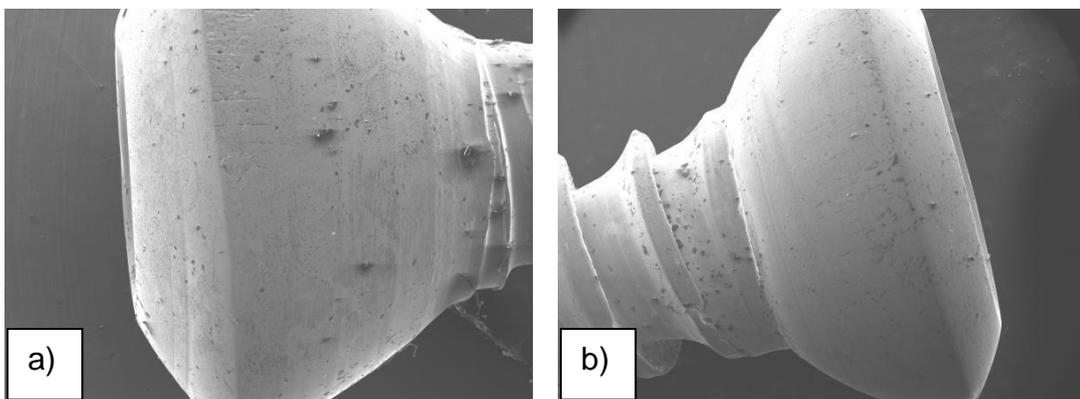


Figura 25. Tornillos analizados en el SEM a) Con falla (Magnético) b) Sin falla (no magnético).

clasificados dentro de la serie 300 de aceros inoxidables austeníticos, específicamente acero inoxidable 316.

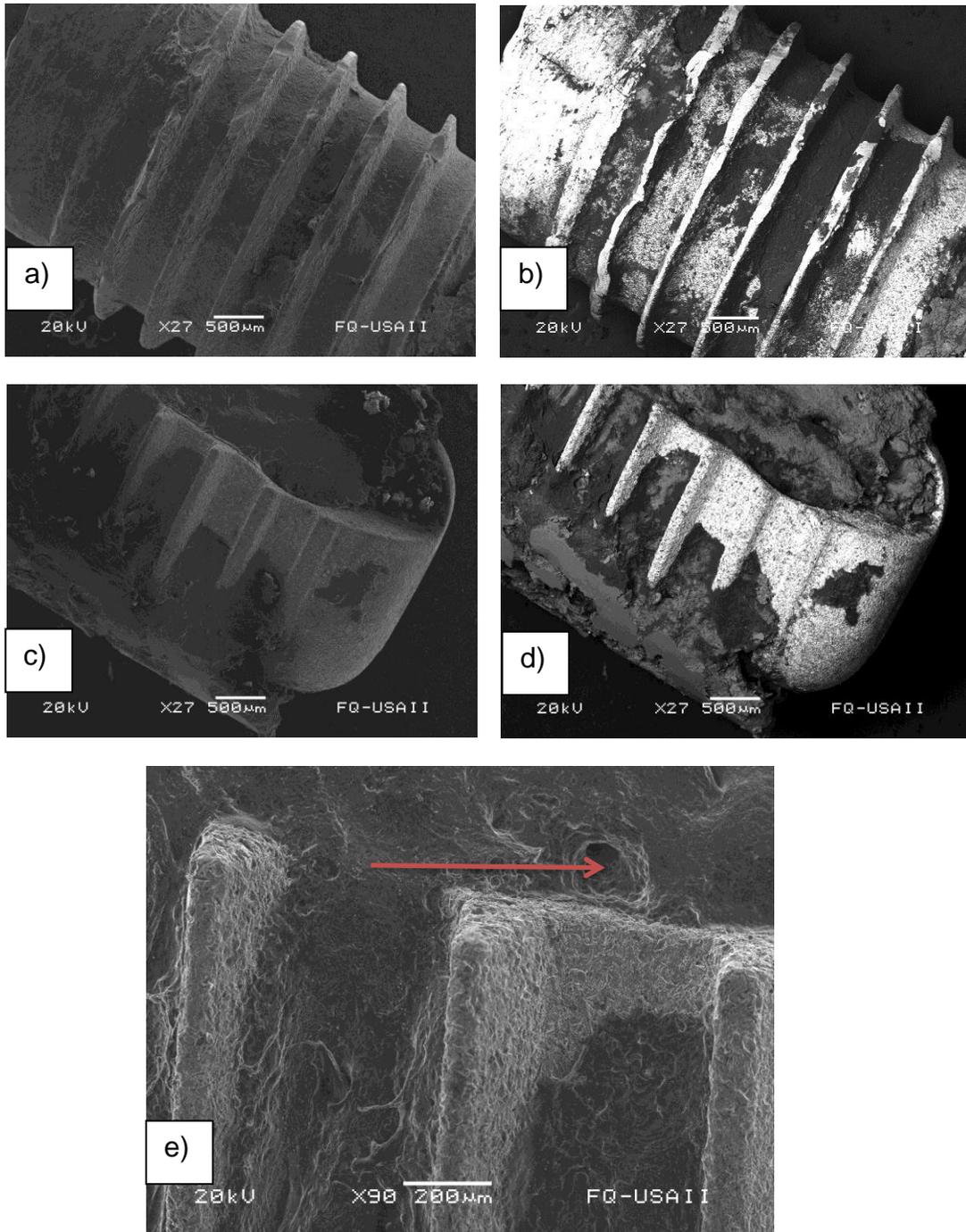


Figura 26. Tornillos analizados en el SEM a-b) Zona media c-d) Zona inferior e) Señalización de picadura.

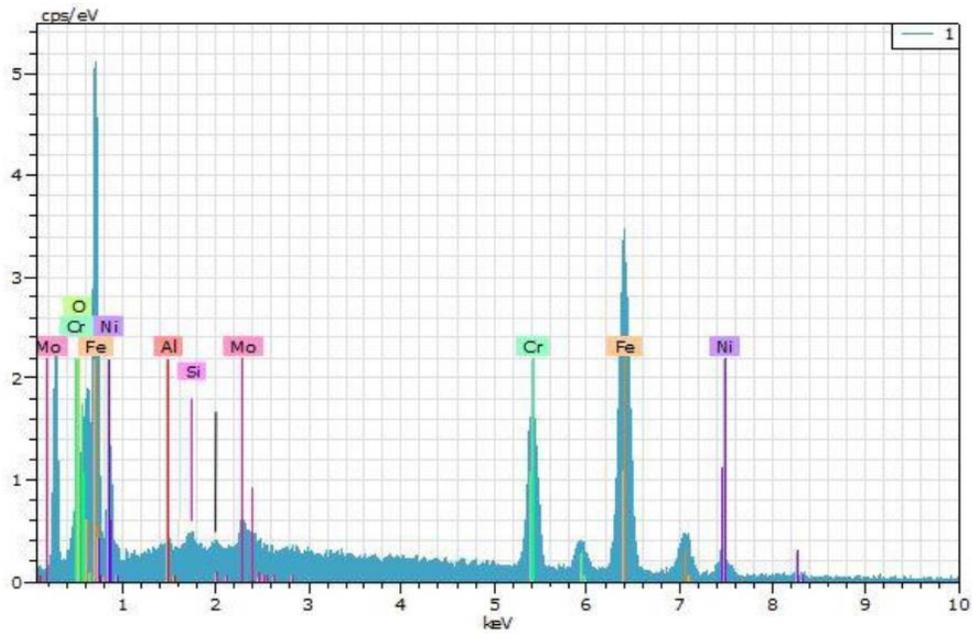


Figura 27. Espectro del tornillo con falla por picadura.

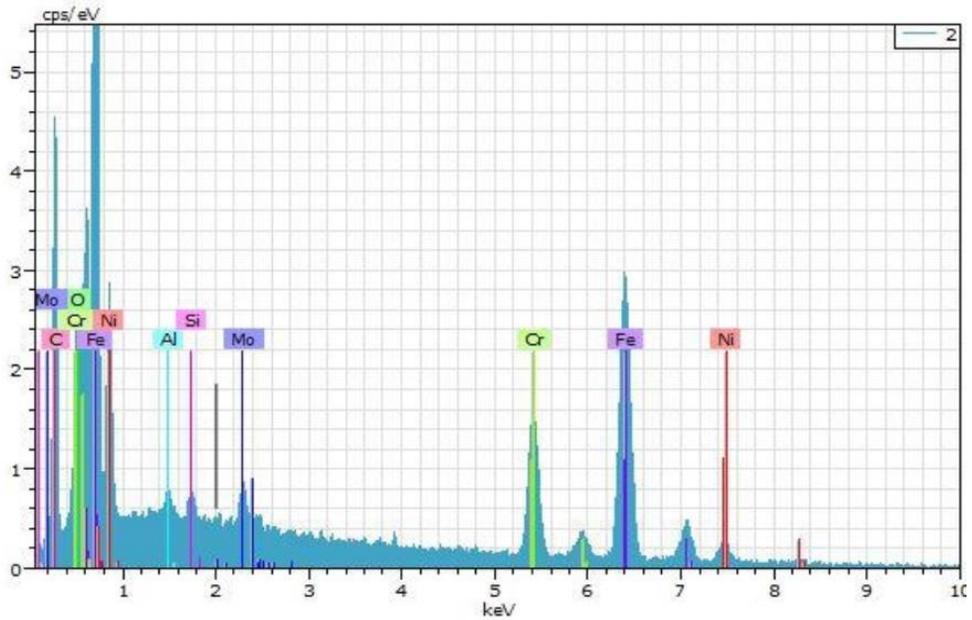


Figura 28. Espectro del tornillo sin falla.

Los espectros demuestran que los elementos presentes en la aleación son similares, es decir, ambos tornillos (con falla y sin falla) están compuestos principalmente por Fe-Cr-Ni-Mo, elementos requeridos para clasificarlo como

acero inoxidable austenítico 316. Por lo tanto fue necesario realizar más análisis para determinar el motivo de picado.

4.1.2. Análisis metalográfico.

Las muestras preparadas fueron analizadas en MO, en campo claro y oscuro. Desde este análisis se encontró la presencia de aparente precipitación masiva para el tornillo que presentó falla. En las figuras 29a y 29b se muestra la comparación de ambos tornillos completos en campo claro.

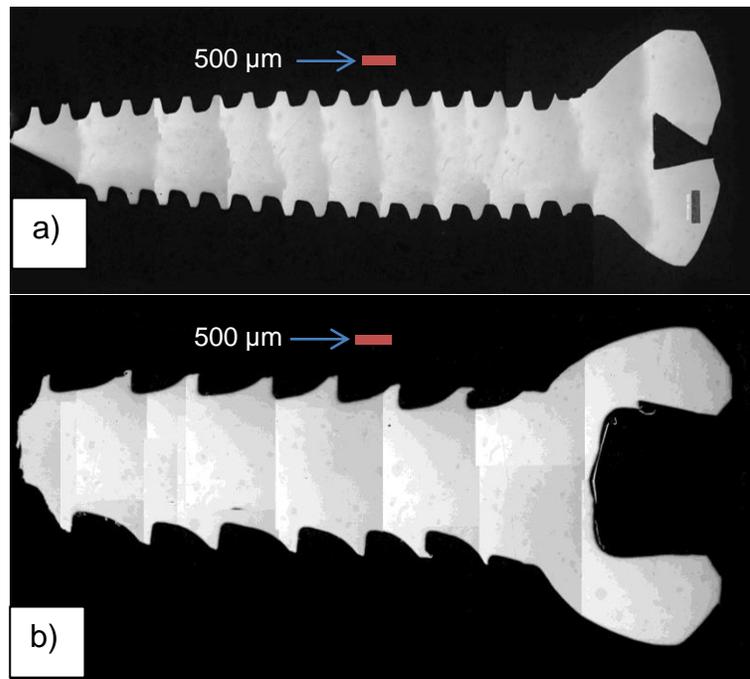


Figura 29. Tornillos vistos por MO en campo claro a) Con falla b) Sin falla.

Las figuras 30a y 30b presentan zonas con mayor aumento, logrando observar con más detalle las diferencias en su morfología. Esto se presentó a lo largo de toda la muestra con picadura.

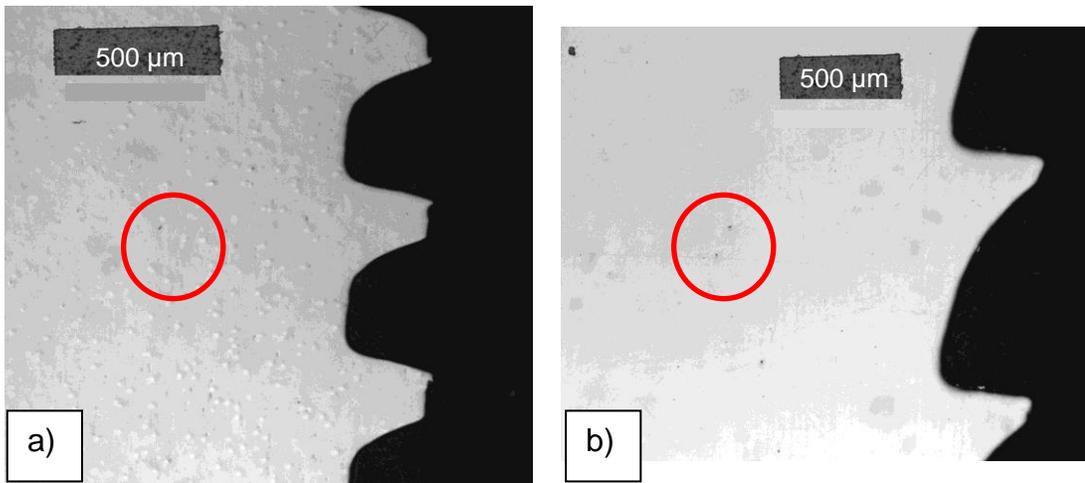


Figura 30. Campo claro aumento 5X a) Con falla b) Sin falla.

Las imágenes de campo oscuro permitieron observar estos defectos con mayor apreciación (figuras 31a y 31b). En estas imágenes los “puntos luminosos” representan las imperfecciones de ambos materiales, de igual manera, el tornillo con falla presenta masiva cantidad de ellos a lo largo de

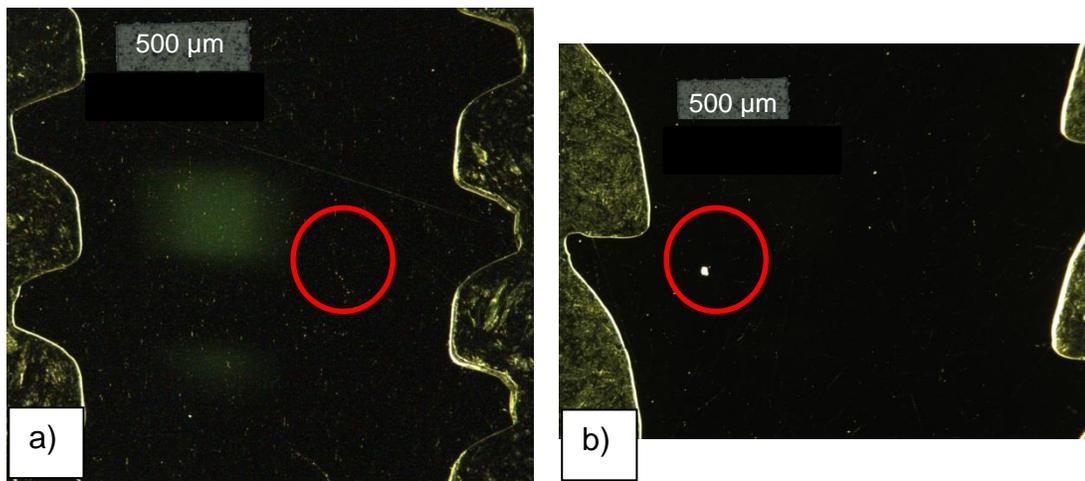


Figura 31. Campo oscuro 5X a) Con falla b) Sin falla.

toda la matriz. La causa de los defectos analizados con el MO confirmó la gran diferencia entre las matrices de ambos materiales, dando pie a la

principal falla en este tipo de aceros, la formación de precipitados. Adicionalmente en la figura 32 se presenta una toma de la matriz a un aumento de 20X, se observan a más detalle los defectos encontrados en los tornillos con falla.

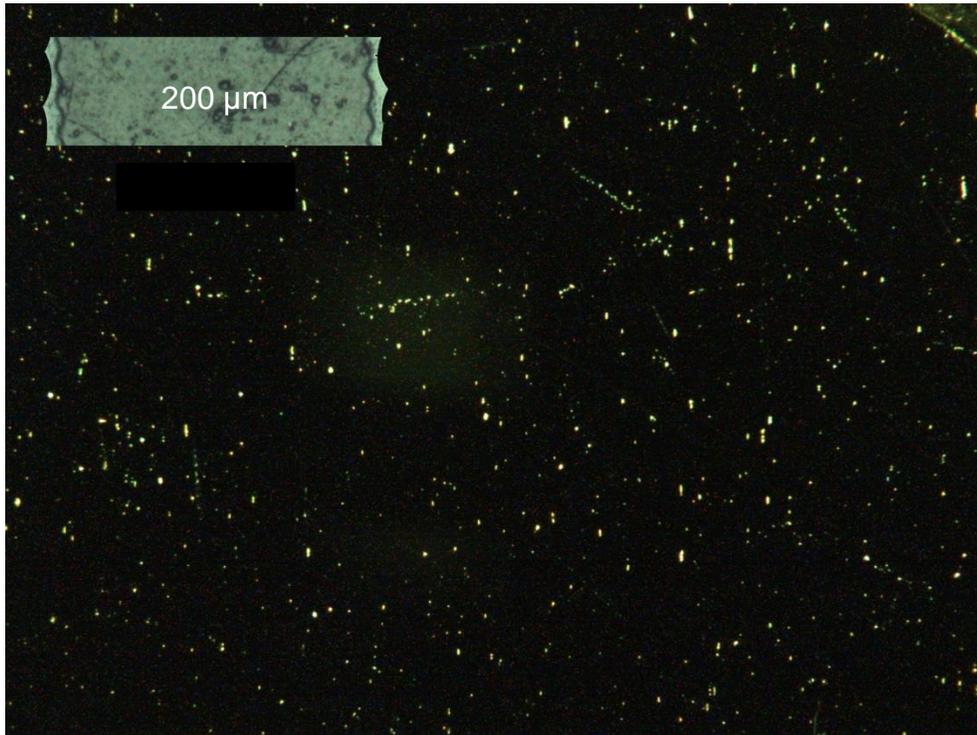


Figura 32. Campo oscuro, matriz con defectos.

4.1.3. Análisis sobre matrices de muestras vía análisis microscopia electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersa de rayos X.

Las matrices de ambos materiales se sometieron a SEM y EDS para observar los defectos con mayor precisión. A continuación se presentan resultados de mapeos y análisis elementales cualitativos de zonas con defectos para ambos tornillos, iniciando con el tornillo dañado.

Análisis SEM y EDS para tornillos de implante.

- Tornillo con falla.
 - Mapeo: En la figura 33 se muestra la zona analizada y los mapeos elementales correspondientes. El Cr $K\alpha$, Mn $K\alpha$ y C $K\alpha$ muestran ligeras concentraciones, indicadas en los círculos de color. Debido a la masiva cantidad de defectos (aparentemente precipitados) que se encontraron en el MO, se estima que las concentraciones mostradas en estos mapeos representen una pequeña parte de la distribución de concentraciones existentes.
 - Análisis EDS. En las figuras 34 a-d se presenta el análisis elemental cualitativo para los diferentes puntos de la zona mostrada en la figura 33. Se observa calcio presente en el espectro de energía (figuras 34b y 34d).
- Tornillo sin falla.
 - Mapeo: En el caso de las muestras sin falla, se observa que las segregaciones más altas que se encuentran son el Si $K\alpha$. El Mn $K\alpha$, Mo $K\alpha$ y C $K\alpha$ presentan concentraciones apenas apreciables (figura 35).
 - Análisis EDS. En las figuras 36 a-d se observan los espectros de elementos en la aleación. En este caso en particular, el elemento titanio aparece dentro del análisis. La presencia del Ti (figura 36b) podría suponerse como precipitación de TiC. Dentro del análisis cuantitativo realizado posteriormente, el Ti se presenta en ambos tornillos en concentraciones relativamente despreciables (6-9 ppm) para considerarse como elemento de aleación.

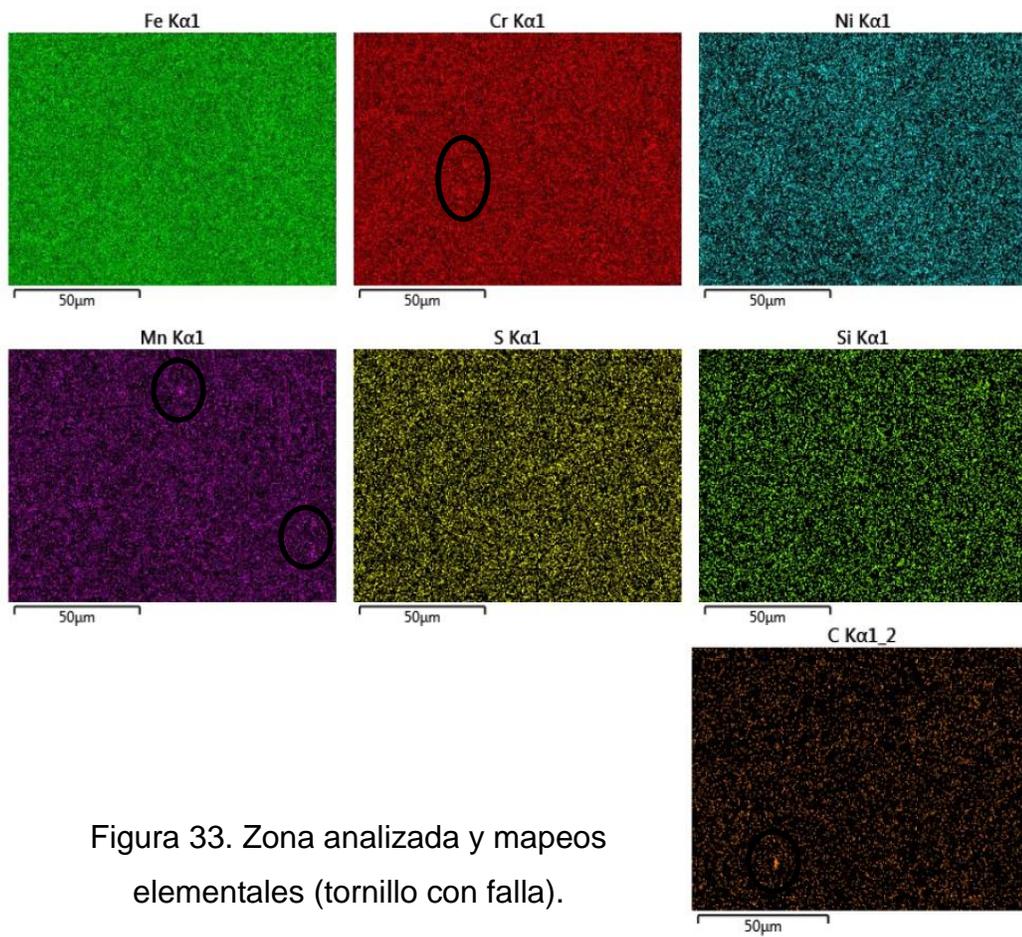
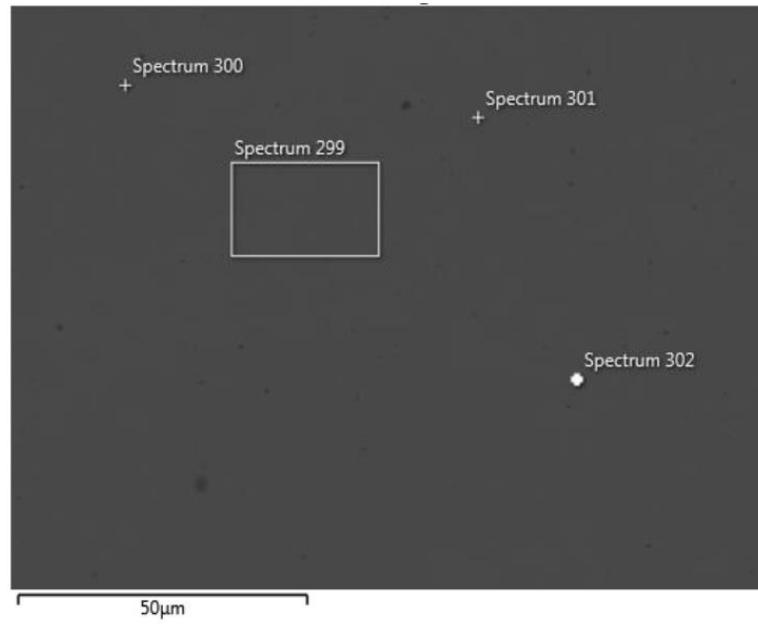


Figura 33. Zona analizada y mapeos elementales (tornillo con falla).

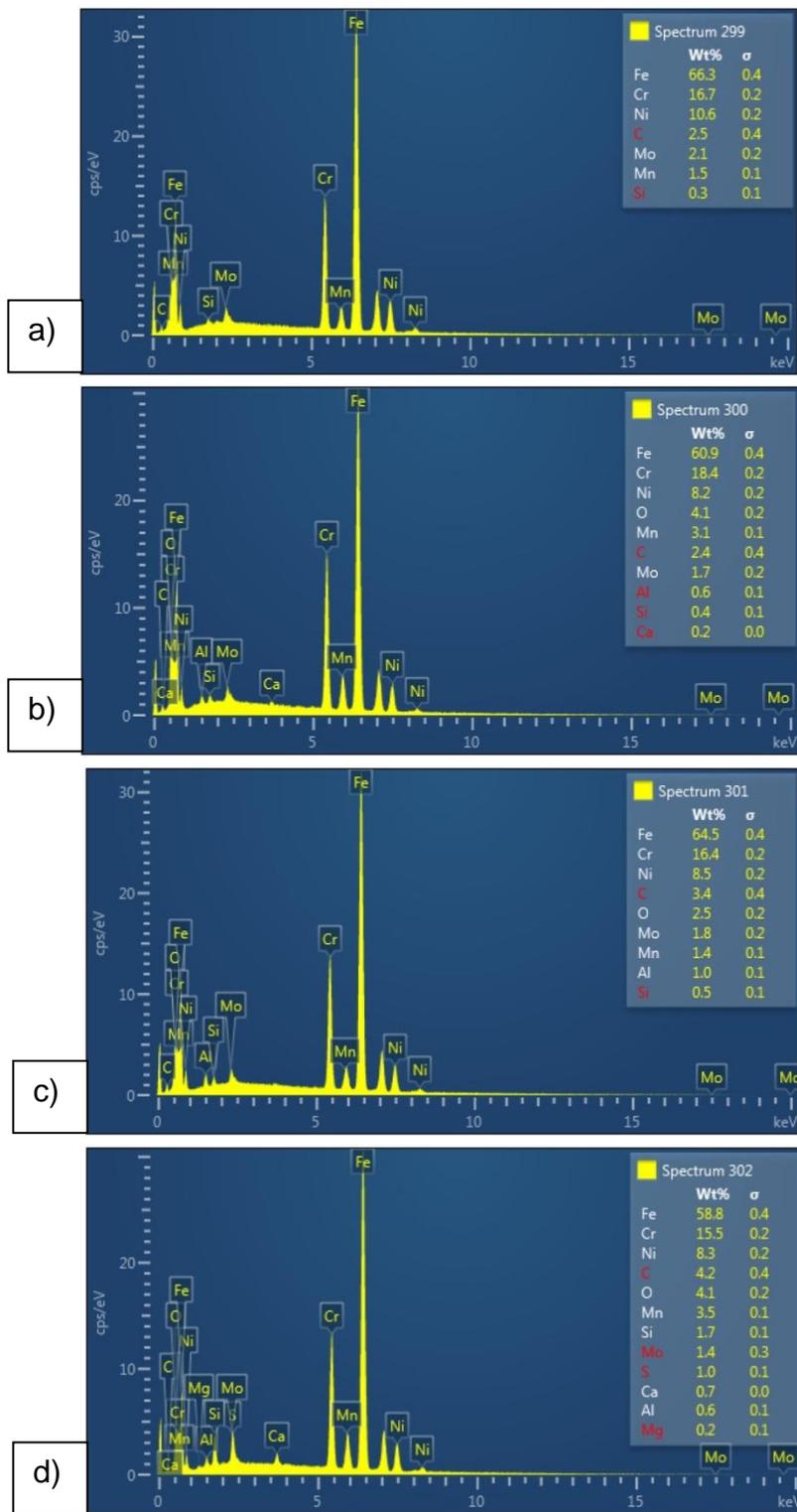


Figura 34. Espectros EDS de la zona analizada del tornillo con falla a) 299 b) 300 c) 301 d) 302.

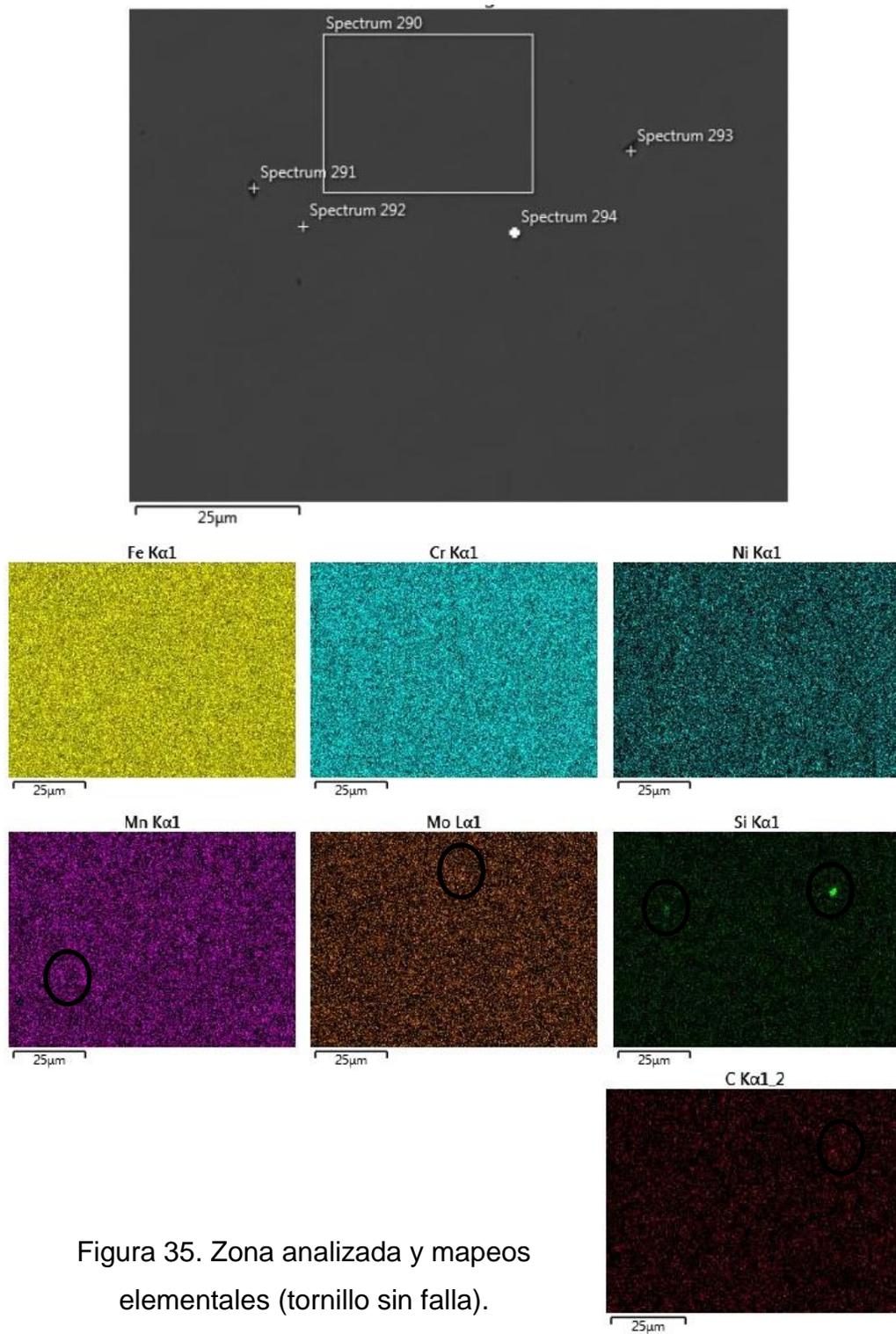


Figura 35. Zona analizada y mapeos elementales (tornillo sin falla).

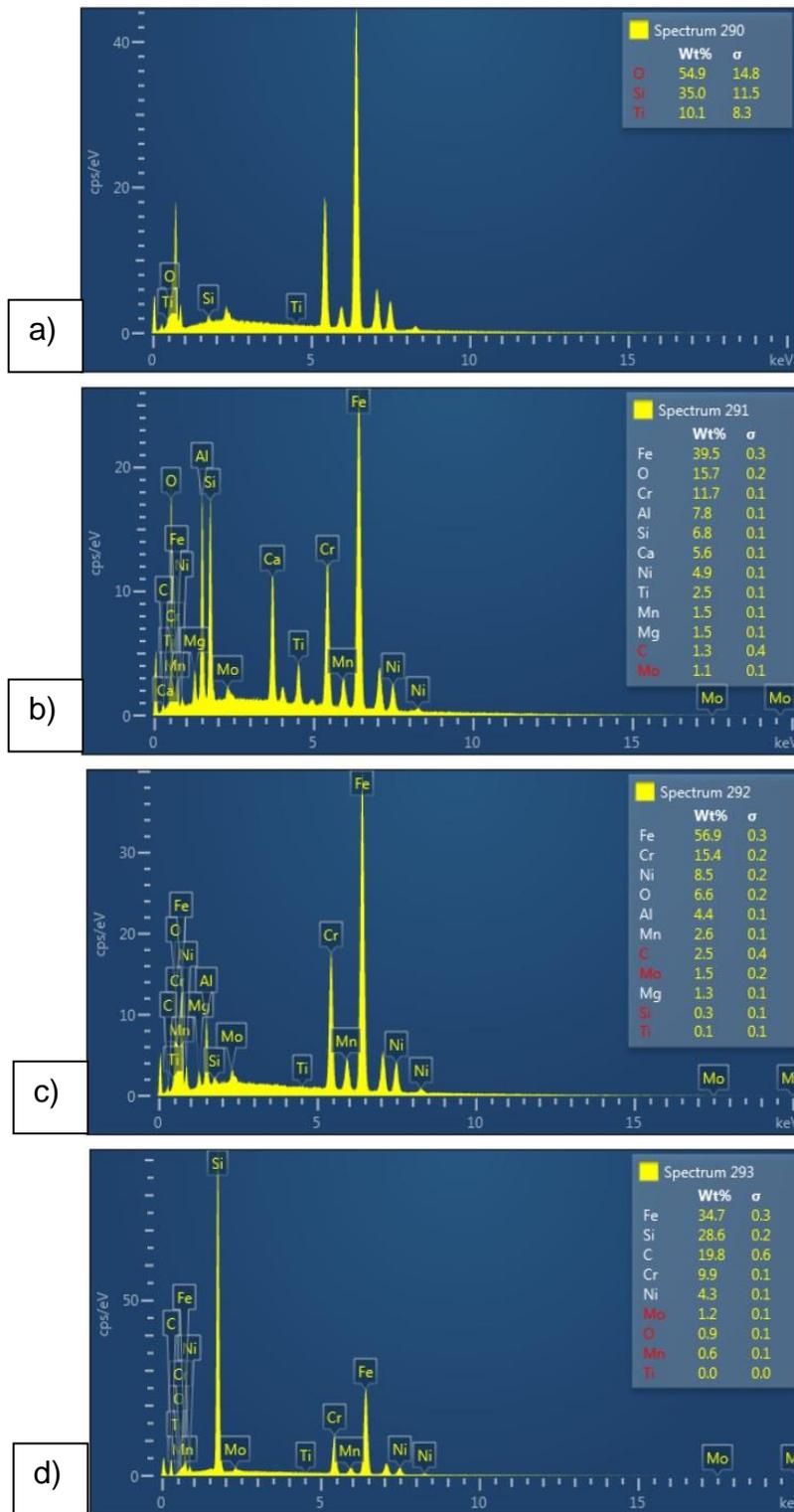


Figura 36. Espectros EDS de la zona analizada del tornillo sin falla a) 290 b) 291 c) 292 d) 293.

Siguiendo el análisis del tornillo con falla, se confirmó la presencia de defectos masivos en su morfología. En las figuras 37a y 37b se presentan dos tomas de la misma zona de tornillo, con electrones retrodispersados y secundarios respectivamente.

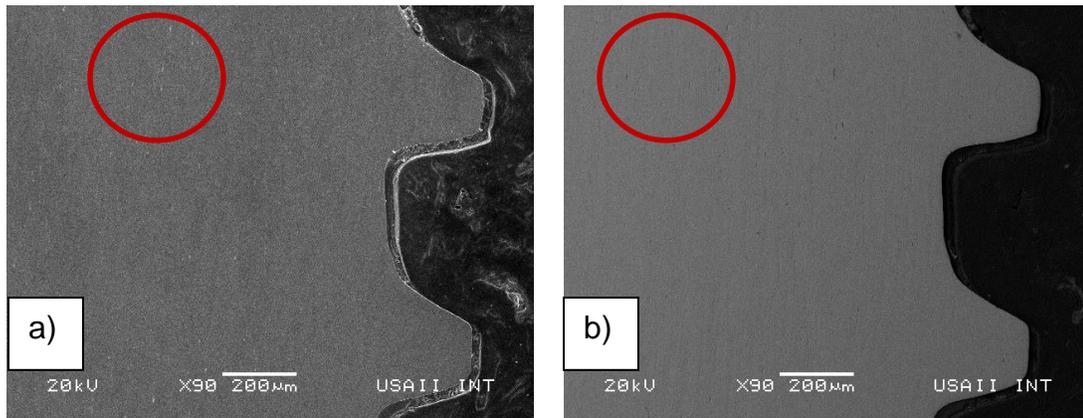


Figura 37. Matriz analizada vía SEM a) Electrones retrodispersados b) Electrones secundarios.

Adicionalmente a los precipitados, picaduras y bandas de deformación fueron encontradas. El área de la “cabeza” del tornillo presentó severos daños. En la figura 38a se presenta la zona con mayor defecto. Generalmente, esa parte del tornillo es fabricada por forja, de igual manera, si se producen deformaciones excesivas y no se aplica un tratamiento térmico posterior para eliminar fases creadas no deseadas, precipitados y esfuerzos residuales, existe el riesgo de que se produzca el picado. Se remarcan los defectos conforme a los aumentos (figuras 38 b-f). La razón de la generación de estos, se estima fue por el tipo fabricación del tornillo.

La deformación plástica en estos aceros, como se estudió en el capítulo 2 de este trabajo, provoca reordenamiento atómico que finalmente induce cambios de fases microestructurales y la formación de precipitados de carburos de cromo.

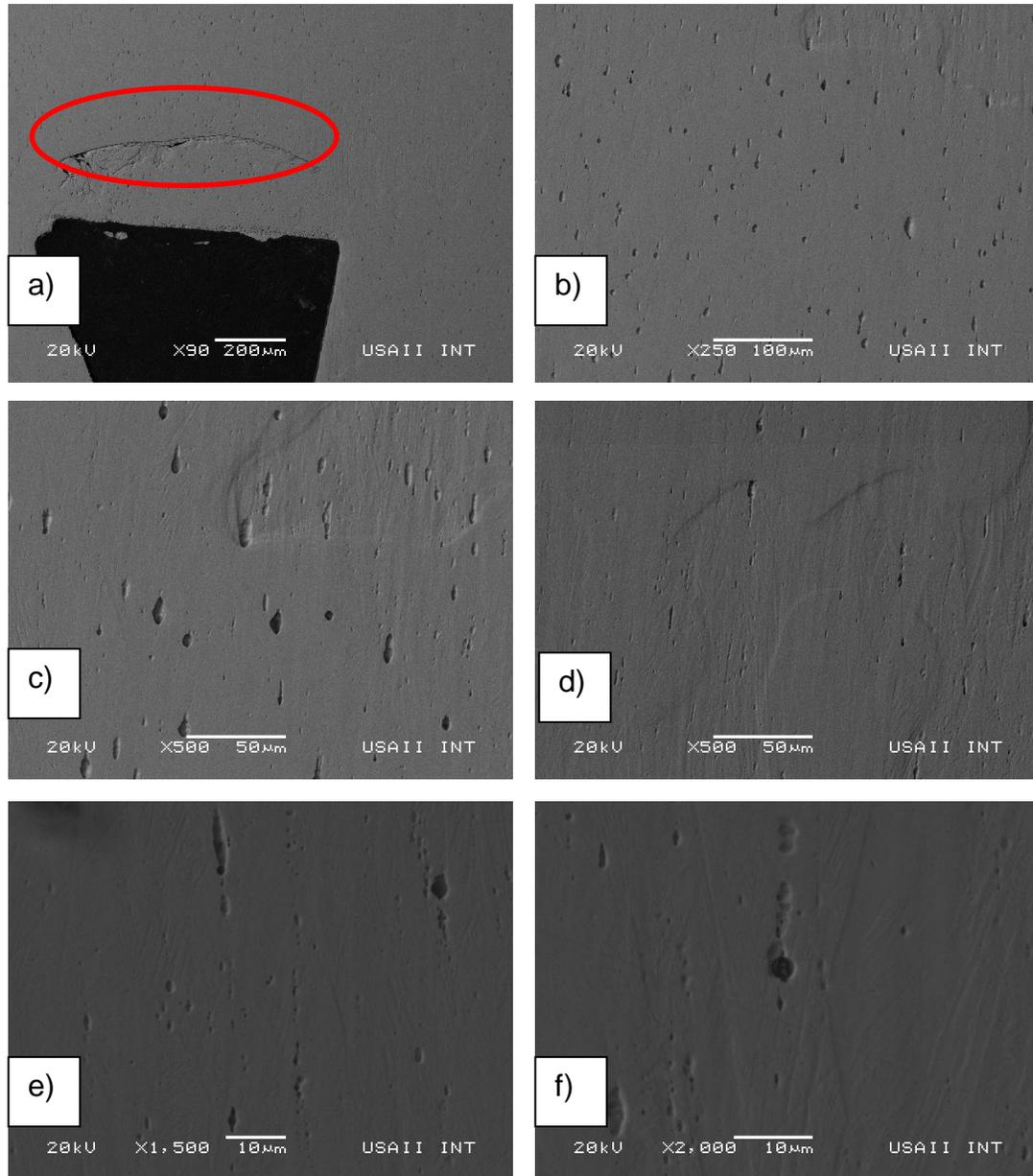


Figura 38. Cabeza de tornillo con picaduras y precipitados (diferentes aumentos) a) 200 b) 250 c) 500 d) 500 e) 1500 f) 2000.

Las bandas de deformación vistas en las figuras 39a, 39b y 39c sugieren que en el posible trefilado se deforma en frío el material. La figura 39c muestra una picadura severa, un gran número de éstas fueron encontradas a resoluciones altas. Con el análisis SEM y EDS presentado en este capítulo fue posible relacionar los defectos encontrados y determinar que el proceso de fabricación del tornillo excede la deformación en frío, produciendo zonas de precipitados y en consecuencia, picado.

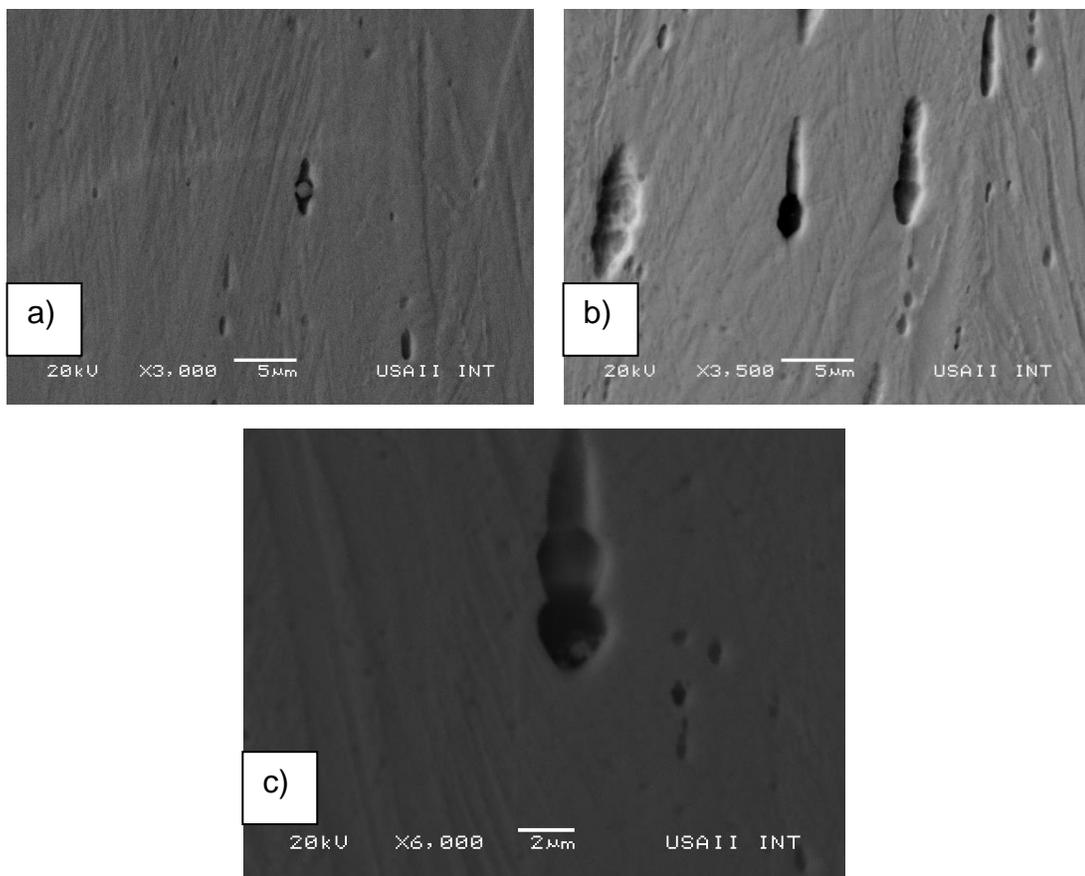


Figura 39. Picadura y líneas de deformación (diferentes aumentos) a) 3000 b) 3500 c) 6000.

4.1.4. Análisis elemental cuantitativo (absorción atómica).

Como se ha comentado en apartados anteriores, los elementos aleantes en ambos tornillos fueron los mismos para cada uno, ese fue el primer factor que se obtuvo para realizar más caracterización y determinar la causa del picado en uno de ellos. Así, con el objetivo de obtener su porcentaje en peso de cada elemento de aleación en ambos tornillos, fue inevitablemente necesario realizar un análisis elemental cuantitativo vía absorción atómica. En la tabla 3 se muestra lo antes mencionado.

Tabla 3. Composiciones químicas de los tornillos con falla y sin falla.

Elemento	Tornillo sin falla	Tornillo con falla
Cr	14.808	25.779
Ni	9.144	15.496
Mo	1.765	3.154
Mn	0.979	1.922
Co	0.188	0.276
Cu	0.240	0.738
Ti	0.006	0.009
PRE= %Cr+ 3.3*%Mo	20.632	36.187

Adicionalmente se calcularon los valores PRE para ambos tornillos (presentados en la tabla 3). Se encontró que el tornillo que se dañó tiene un valor PRE mucho mayor al no dañado, lo cual significa mejores propiedades de resistencia al picado. Sin embargo, si se tienen porcentajes altos de elementos alfégenos, el valor PRE no garantiza que el material en cuestión sea de alta calidad, es decir, con buena resistencia al picado, este resultado confirma una menor resistencia al picado del tornillo fallado. Relacionando todos los factores estudiados por caracterización experimental y la revisión bibliográfica del capítulo 2 se obtuvo una hipótesis sólida de la explicación de dicho comportamiento. Lo anterior se explica más a detalle en la sección final del apartado completo de caracterización de la falla.

4.1.5. Resultados del ensayo de microdureza Vickers (caracterización de falla).

Para el caso particular de los resultados del ensayo de microdureza realizados y debido a la anterior caracterización, se esperaba que el tornillo con exceso de defectos (aparentes precipitados) tuviera una dureza mayor. Esto por la mejora de propiedades mecánicas que resulta de la formación de precipitados de carburos de cromo. El ensayo fue hecho en ambos tornillos en pulido longitudinal y transversal. En la figura 40, es evidente el aumento de dureza del tornillo dañado a comparación del no dañado.

4.1.6. Hipótesis sobre la falla por picadura del tornillo de implante de uso veterinario.

Los tornillos de implante con y sin falla presentan composiciones químicas similares, es decir, cuentan con mismos elementos de aleación, sin embargo

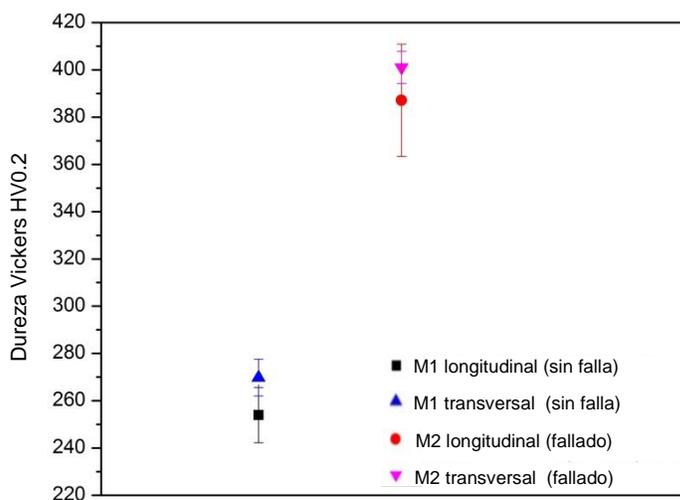


Figura 40. Gráfica de dureza Vickers.

su porcentaje en peso es diferente. En ambos casos se debe resaltar el incumplimiento de la norma ASTM F 139. No es posible mencionar que el tornillo que no presentó falla se encuentre en buen estado, ya que tampoco cumple con los requisitos rigurosos para el uso quirúrgico. En consecuencia, la falla presentada puede ser explicada comenzando por el contenido de elementos de aleación, pues como se estudió, presenta defectos que se asume son precipitados, generando concentraciones altas de cromo en zonas específicas, imposibilitando la generación de una capa pasiva uniforme, capaces de generar pares galvánicos locales. Por otro lado, se encontraron picaduras en las muestras caracterizadas por SEM, lo cual demuestra que el tornillo se encontraba severamente precipitado, puesto que la muestra fue preparada y durante el análisis por microscopio óptico no se presentó ninguna picadura, posteriormente al someterlo a análisis por SEM ya se encontraban las picaduras. Así mismo, presentó el tornillo con falla una susceptibilidad magnética mucho mayor a lo habitual en estos aceros, ya que, su propiedad es paramagnética, sin embargo el tornillo con falla demostró una propiedad muy alta en paramagnetismo. La hipótesis final sobre la causa de esta falla ocurrida en un caso real de implante veterinario

radica en el control del proceso de aleación de los tornillos, el proceso de manufactura, ya que se encontraron aparentes bandas de deformación direccional, posiblemente causadas por el típico proceso de trefilado en la elaboración del cuerpo del tornillo. Así, relacionando el contenido en exceso de cromo en el tornillo con falla, la susceptibilidad magnética, las bandas de deformación encontradas y la alta dureza, puede concluirse que existen fases ferríticas causadas por exceso en cromo y deformación, lo que provoca el comportamiento magnético, alta dureza y por lo tanto formación de precipitados.

4.2. Optimización de composición química. (Parámetros considerados, experimentación y modelaje).

4.2.1. Condiciones de norma ASTM F 139 sobre diagrama Schaeffler-Delong.

En la tabla 2 se muestran los rangos permitidos de la composición química para la fabricación de un acero inoxidable de uso quirúrgico. Se considera también el número $PRE \geq 26$ en la ecuación (8). El primer paso para diseñar la propuesta fue graficar los rangos de la norma dentro del diagrama Schaeffler- Delong, con el objetivo de observar las predicciones de microestructura obtenidas por esas restricciones y así analizar el área sobre la cual se haría la propuesta. En el recuadro azul ■ marcado en la figura 41 se observa la zona correspondiente a los rangos de la norma.

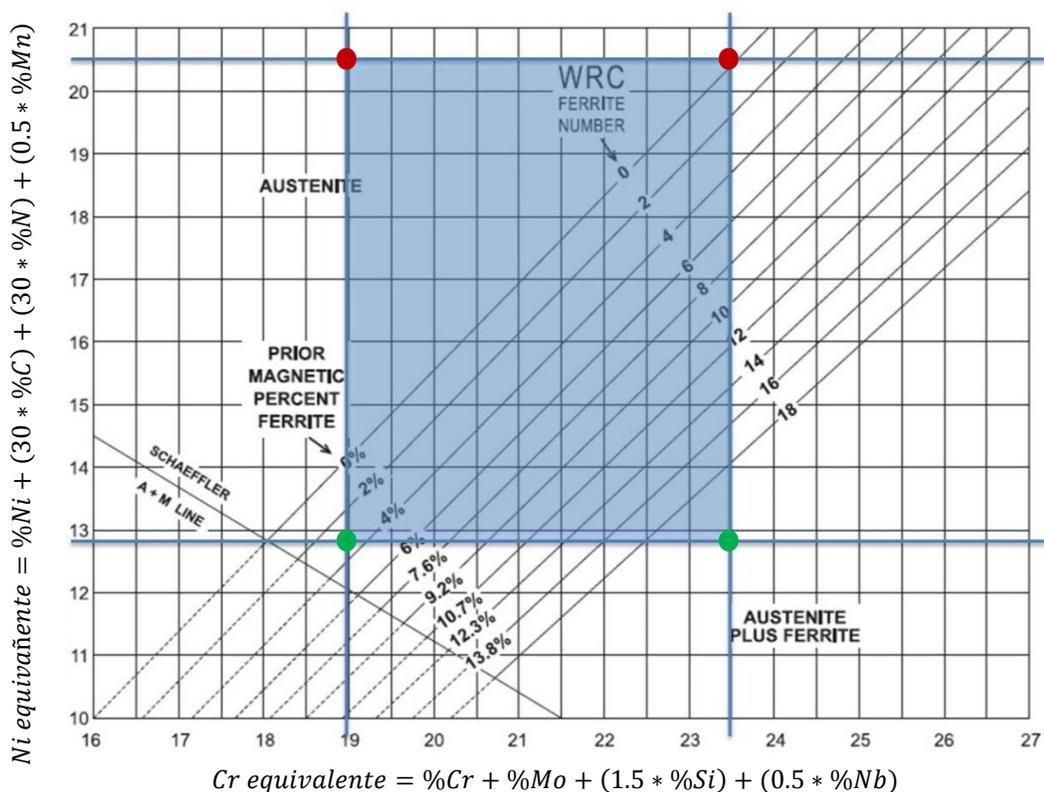


Figura 41. Rango de norma graficados en el diagrama.

Las ecuaciones 9-12 muestran los cálculos de los valores mínimos y máximos para el cromo equivalente y níquel equivalente, necesarios en el diagrama Schaeffler-Delong.

Los puntos verdes ● y rojos ● posicionados a la izquierda de cada ecuación representan los mínimos y máximos valores numéricos respectivamente (mostrados también en la figura 41). Lo anterior en función de la composición química establecida en la norma antes mencionada.

● Tomando el mínimo de cada elemento requerido en las ecuaciones (3) y (4) (incluyendo tolerancia), se tiene que:

Cromo equivalente:

%Cr=16.80; %Mo=2.15; %Si=0; Nb= No necesario

Níquel equivalente:

%Ni=12.85; C=0; N=0; Mn=0;

Resultando:

$$\bullet Cr \text{ equivalente} = 16.80 + 2.15 + (1.5 * 0) + (0.5 * \%Nb) = 18.95 \quad (9)$$

$$\bullet Ni \text{ equivalente} = 12.85 + (30 * 0) + (30 * 0) + (0.5 * 0) = 12.85 \quad (10)$$

● En el caso de los máximos se tiene:

%Cr=19.20; %Mo=3.10; %Si=0.8; Nb= No necesario

Níquel equivalente:

%Ni=15.15; C=0.035; N=0.11; Mn=2.04;

Resultando:

$$\bullet Cr \text{ equivalente} = 19.20 + 3.10 + (1.5 * 0.8) + (0.5 * \%Nb) = 23.5 \quad (11)$$

$$\bullet Ni \text{ equivalente} = 15.15 + (30 * 0.035) + (30 * 0.11) + (0.5 * 2.04) = 20.52 \quad (12)$$

Puntos graficados en el diagrama:

- (18.95, 12.85); ● (23.5, 12.85); ● (18.95, 20.52); ● (23.5, 20.52).

Respecto al PRE se tiene la siguiente restricción (ecuación 8):

$$PRE = \%Cr + 3.3 * \%Mo \geq 26$$

Tomando los valores máximos y mínimos requeridos en la ecuación anterior se obtienen los siguientes valores de PRE:

$$\bullet PRE = \%16.80 + 3.3 * 2.15 = 23.89 \quad (13)$$

$$\bullet PRE = 19.20 + 3.3 * 3.10 = 29.43 \quad (14)$$

En la ecuación 13 se observa una discrepancia respecto a lo especificado en la norma. Tomando los valores mínimos permitidos, en este caso Cr=16.80 y Mo=2.15 se obtiene PRE=23.89, el cual no cumple con la condición de la ecuación 8. Por lo tanto, fue necesario encontrar el balance mínimo para cumplir lo antes mencionado. Esto se presenta en la última sección de este apartado, ya que se realizó considerando también los alcances logrados con la red neuronal artificial diseñada. Es importante mencionar que el valor de PRE dentro del diagrama sólo presenta variación con respecto al eje correspondiente del cromo equivalente, por lo que, no importa el porcentaje de elementos de níquel equivalente que se tenga, éste no cambiará.

4.2.2. Efecto del tratamiento térmico.

Una vez que se obtuvo el área que comprende la norma dentro del diagrama Schaeffler-Delong, fue necesario realizar la caracterización de los tratamientos térmicos experimentales. Esto con el objetivo de observar el tamaño de precipitados promedio y el comportamiento de la microestructura, para así, proponer un tratamiento térmico en específico.

4.2.2.1. Tamaño promedio de precipitados visibles y efecto de tratamiento térmico sobre la microestructura.

Como se menciona en el capítulo 3, el área sobre la cual fueron medidos los precipitados visibles fue de 0.25 mm^2 , por tratamiento térmico con 60 mediciones por área. En las figuras 42a, 42b y 42c se presentan las distribuciones obtenidas. Puede apreciarse que el tamaño de precipitados cambió, demostrando la relación en fracción precipitada como la siguiente: $SE < SA < SH$, siendo el tamaño promedio de $4.6 \text{ }\mu\text{m}$, $5.8 \text{ }\mu\text{m}$ y $7.8 \text{ }\mu\text{m}$, respectivamente.

- En el SA el tamaño de precipitados es regular comparado con los otros dos tratamientos, no se observa un gran crecimiento de grano y las fronteras no presentan precipitación masiva como en el caso del SE. Esto es en consecuencia del enfriamiento rápido en agua, ya que, generalmente los precipitados de carburo de cromo se forman a los $600-800 \text{ }^\circ\text{C}$ [15,16], aproximadamente, por lo tanto, si se evita lo más posible esta temperatura en el enfriamiento, es posible no otorgar tiempo suficiente para su formación, dando como resultado una microestructura bastante limpia de precipitados. En las figuras 43a y 43b se observa la microestructura correspondiente a este tratamiento térmico.
- Para SH se presenta un tamaño de grano mayor a los tratamientos SA y SE. Esto se atribuye a que durante el enfriamiento lento en el horno, la temperatura se mantiene alta, esto genera que los granos crezcan. Respecto a los precipitados, se observan fronteras granos considerablemente libres de sensitizado, sin embargo el tamaño de precipitados es mayor. Lo anterior se genera por el mismo efecto del enfriamiento lento, ya que, debido a que se mantiene más tiempo a la temperatura a la cual precipita el cromo-carbono, estos obtienen

suficiente tiempo para adquirir una nucleación mayor y así, crecer en tamaño. En las figuras 43c y 43d se observa lo antes mencionado.

- Por último en el SE el tamaño de precipitados visibles es menor, esto se obtiene debido a que por efecto del envejecido se forma precipitación fina, es decir, su tamaño disminuye pero se presentan en mayor cantidad en las fronteras de grano. Lo anterior sucede por el tiempo que se expone a temperaturas altas de trabajo, generando nueva formación de precipitados. En las figuras 43e y 43f se marcan las fronteras de grano sensibilizadas.

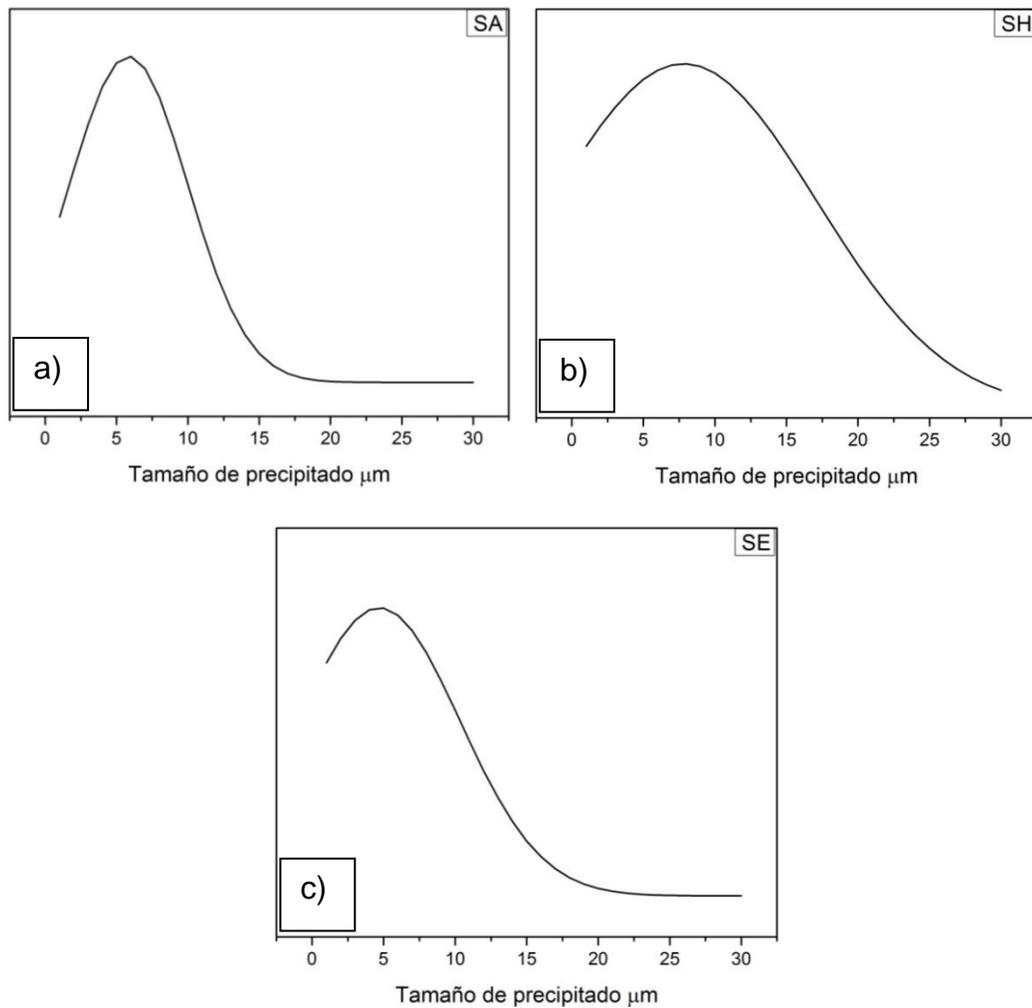


Figura 42. Distribución normal de tamaño de precipitados a) SA b) SH
c) SE.

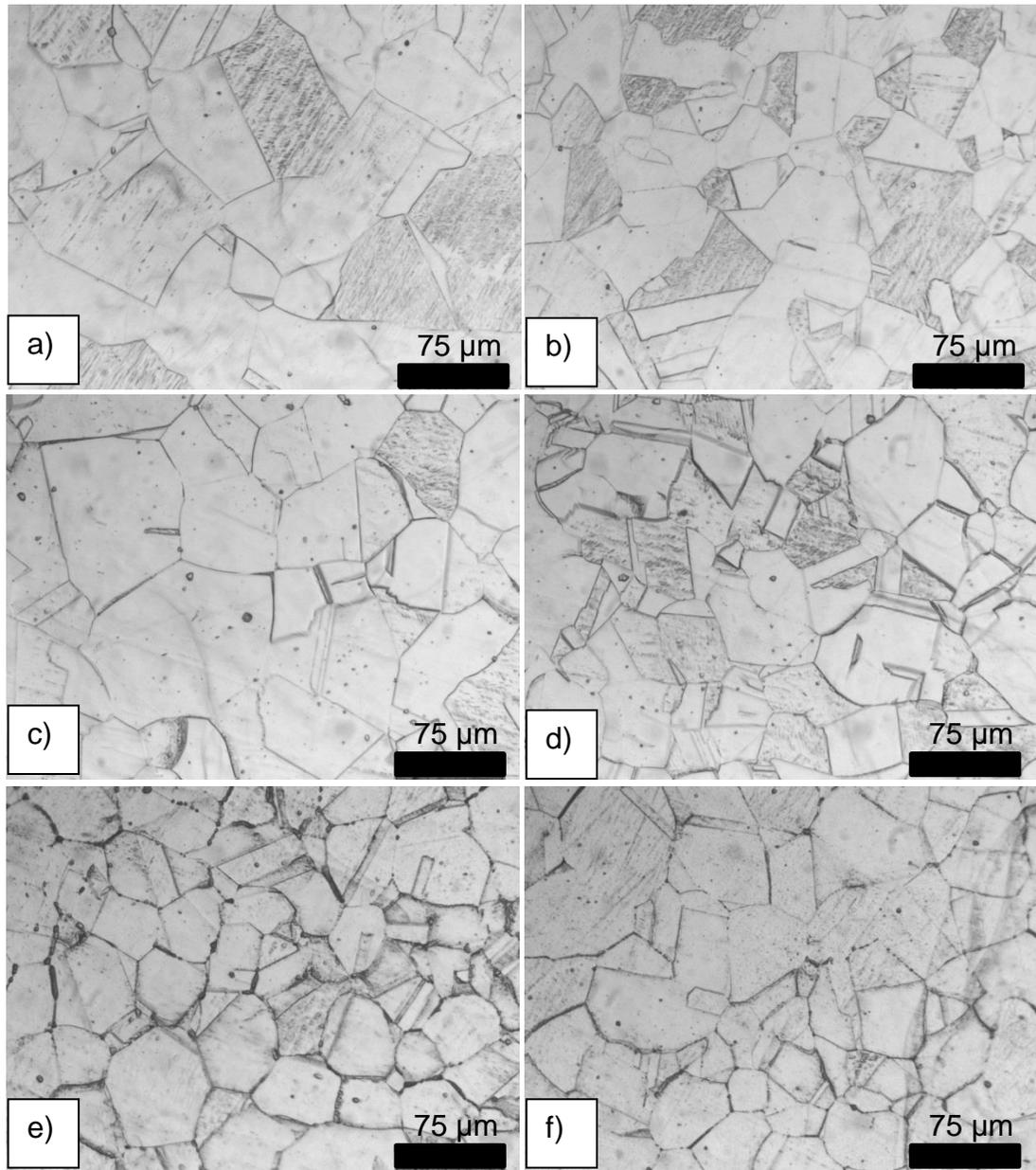


Figura 43. Microestructuras de aceros con tratamiento térmico a-b) SA c-d) SH e-f) SE.

4.2.3. Resultados del ensayo de microdureza Vickers (optimización de composición química).

En la figura 44 se observan los resultados del ensayo de microdureza Vickers correspondiente a los tres tratamientos térmicos. Puede apreciarse que la dureza aumentó ligeramente en el tratamiento SH. Esto podría estar relacionado a que los precipitados presentes que son de mayor tamaño en relación con los tratamientos SA y SE.

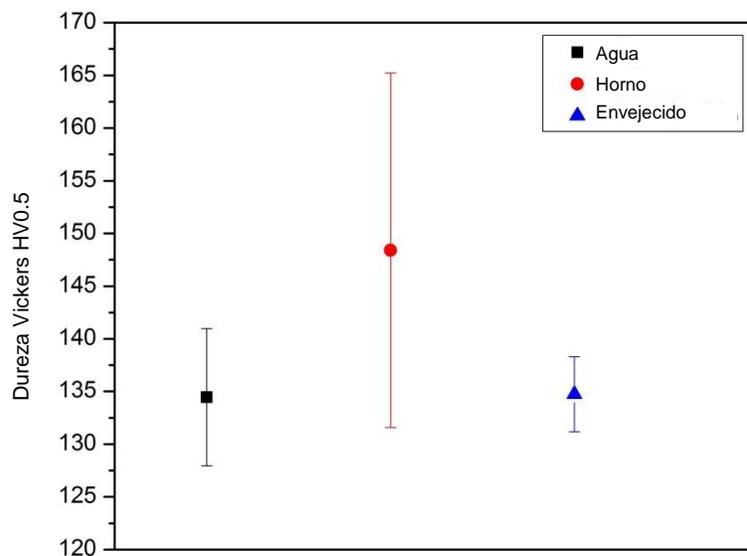


Figura 44. Gráfica de dureza Vickers.

Por otro lado y haciendo mención a la norma ASTM F 139 [21], ésta establece dentro de sus requerimientos un máximo de dureza de 95 HRB (hardness Rockwell B). La muestra SA, la cual es la propuesta en este trabajo, presenta una dureza de 134 HV, la cual equivale a 76 HRB. Como resultado, el acero 316 tratado por SA cumple con esa condición. Se espera que en conjunto con la composición propuesta se obtenga una dureza similar, debido al tratamiento térmico.

4.2.4. Evaluación del desempeño de las distintas arquitecturas de redes neuronales artificiales creadas.

Se realizó una evaluación de distintas arquitecturas de modelos de redes para observar el desempeño de cada una. Como se mencionó en el capítulo 3 en este trabajo se muestran algunos arreglos (36 redes neuronales) diseñados, sin embargo se evaluaron más modelos. Los resultados de rendimiento se obtuvieron para cada red neuronal diseñada. Las figuras 45 a-c muestran el comportamiento de la predicción utilizando la función sigmoide. Así mismo, en las figuras 46 d-f se presentan los resultados para las redes con función hiperbólica. La línea continua representa los valores

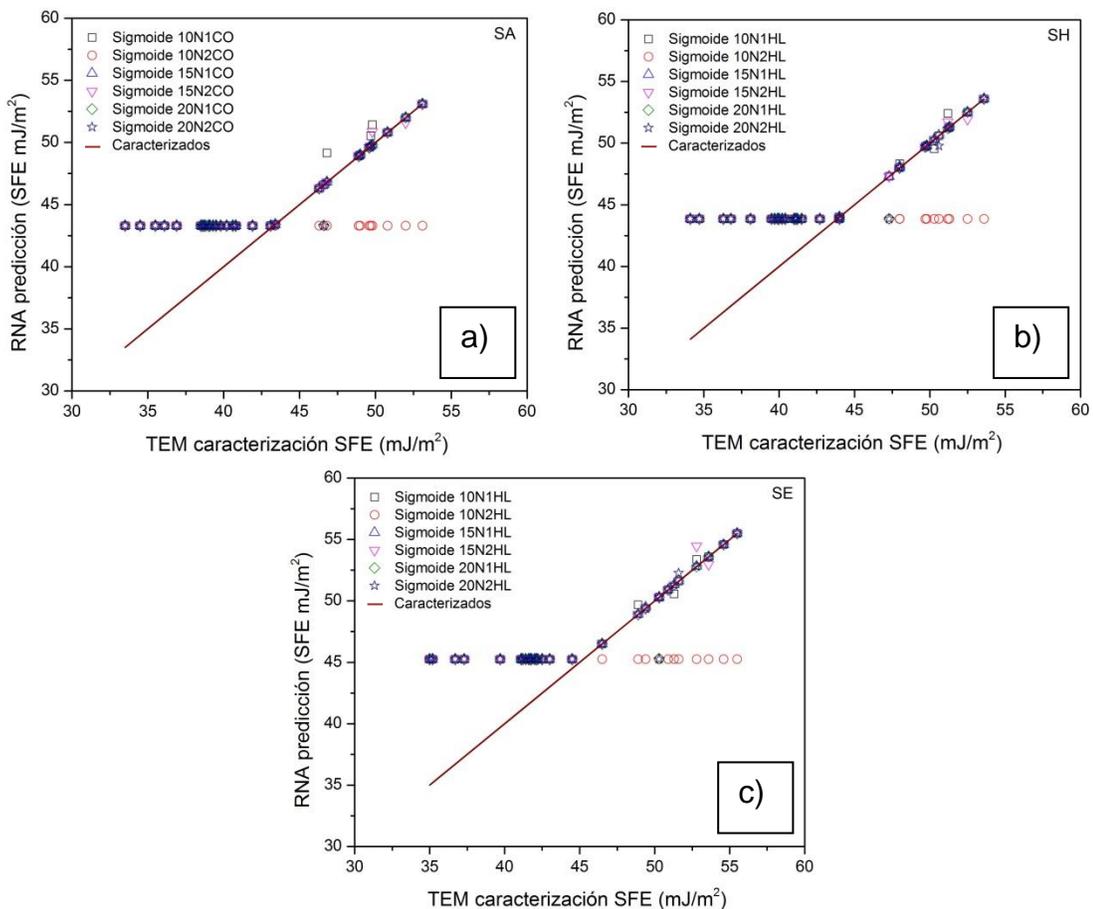


Figura 45. Desempeño de la función sigmoide en las distintas arquitecturas de RNA a) SA b) SH c) SE

caracterizados experimentalmente. En estos arreglos, el rendimiento fue mejor que el presentado en los arreglos con función sigmoide. Este último presenta una pérdida de capacidad predictiva a partir de 45 mJ/m^2 , debido al tipo de función de activación que se utilizó. Esto además confirma lo necesario que resulta realizar una prueba de rendimiento con distintas funciones.

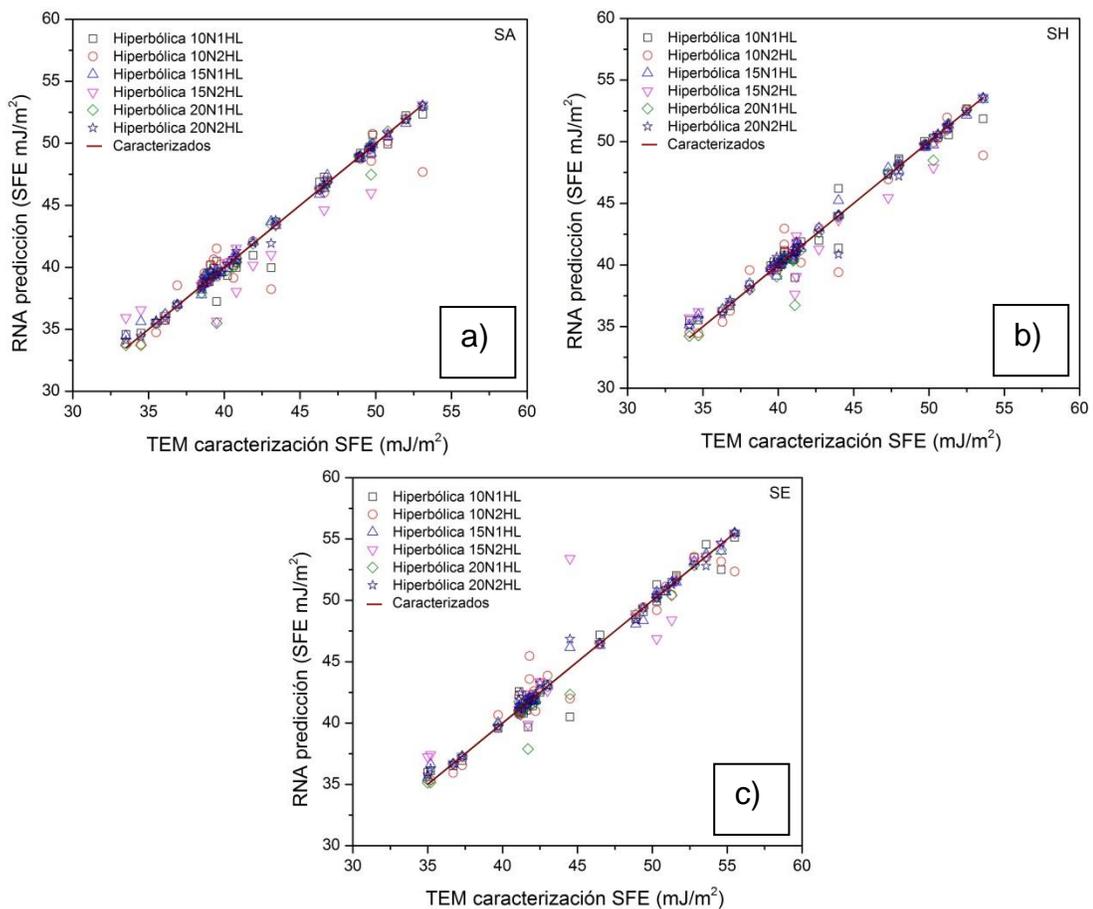


Figura 46. Desempeño de la función hiperbólica en las distintas arquitecturas de RNA a) SA b) SH c) SE.

En la tabla 4 se muestra el valor de la correlación obtenida para cada arquitectura de RNA antes mostradas. Se encontró que entre los arreglos de 10N1CO y 15N1CO la precisión de predicción aumenta (zona resaltada en

rojo en la tabla 4). Finalmente se realizó una búsqueda para encontrar el arreglo más óptimo en función de la cantidad de neuronas, mayor complejidad para su reproducibilidad y el coeficiente de correlación. Por lo tanto, la arquitectura de 12N1CO fue seleccionada.

Tabla 4. Coeficiente de correlación para las funciones sigmoide e hiperbólica.

Arquitectura RNA	Función sigmoide	Función sigmoide	Función sigmoide	Función Hiperbólica	Función Hiperbólica	Función Hiperbólica
	SA	SH	SE	SA	SH	SE
10N1CO	0.83	0.83	0.83	0.97	0.97	0.96
10N2CO	0.12	0.01	0.05	0.92	0.93	0.95
15N1CO	0.83	0.83	0.83	0.99	0.99	0.99
15N2CO	0.83	0.83	0.83	0.94	0.96	0.89
20N1CO	0.78	0.78	0.78	0.97	0.97	0.98
20N2CO	0.78	0.78	0.78	0.99	0.98	0.99

4.2.5. Desempeño de la red neuronal artificial seleccionada para la predicción de la energía de falla de apilamiento.

Como se mencionó en el subtema anterior, se realizó una búsqueda para la arquitectura de RNA más óptima, siendo el arreglo 12N1CO el mejor. Por lo tanto fue seleccionado como red neuronal final. En la figura 47a, la arquitectura de la red neuronal seleccionada es mostrada. La capa de entrada corresponde a los elementos de aleación en % peso (9 entradas: C, N, Si, Mn, P, S, Ni, Cr, Mo), una capa oculta con 12 neuronas y por último, la capa de salida correspondiente a la SFE calculada para los tres tipos de

tratamiento térmico (3 salidas: SA, SH, SE). En cada neurona de la capa oculta y de la capa de salida, la función de activación utilizada fue la tangente hiperbólica, comúnmente usada en casos con variaciones suaves de señal [54], mostrada en la figura 47b. La ecuación (15) corresponde a esta función mencionada, así mismo la señal de activación se expresa en la ecuación (16).

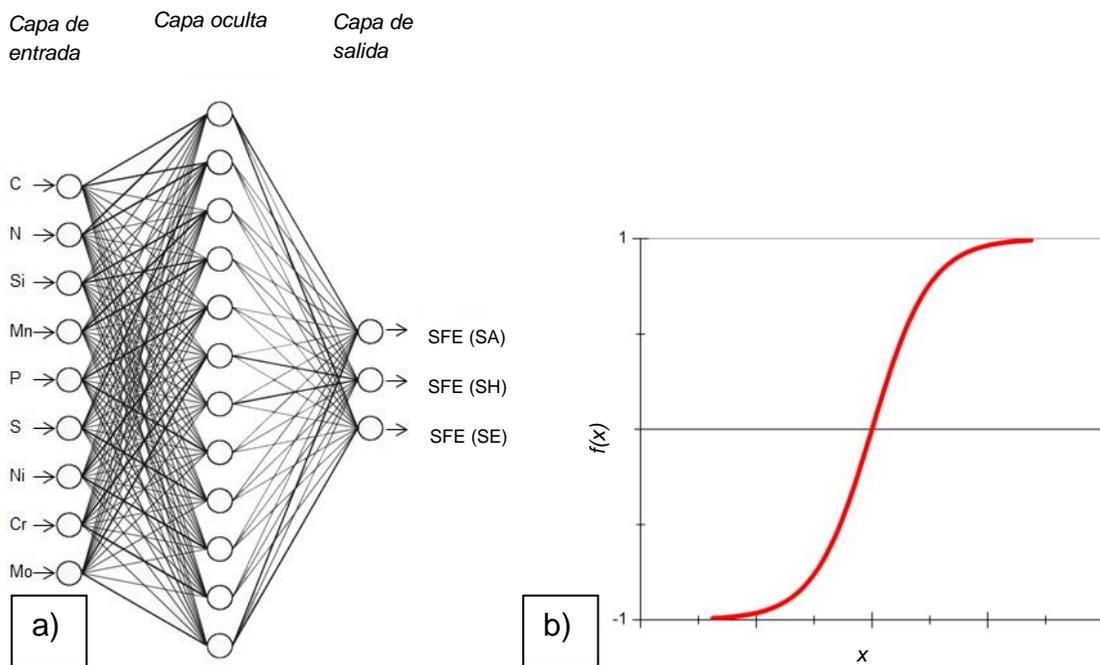


Figura 47. a) Arquitectura de la red neuronal artificial b) Función de activación tangente hiperbólica.

$$f(x) = \frac{e^x - e^{-x}}{e^x + e^{-x}} \quad (15)$$

Dónde:

$$x = \sum_{i=1}^n X_i W_i + \theta \quad (16)$$

X_i : Valores de las entradas

W_i : Pesos

θ : Valores de bias.

El mínimo error cuadrático (MSE por sus siglas en inglés) fue definido como:

$$MSE = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (Y_i - S_i)^2 \quad (17)$$

Donde N es el número de entrenamiento, S_i y Y_i son salidas de la i_{th} salida de neurona, así mismo, S_i and Y_i son la salida los datos experimentales conocidos y los predichos por la red neuronal respectivamente [63]. Para comprobar su desempeño se realizó una comparación entre los cálculos por caracterización experimental y los predichos con el modelo. En las figuras 48a, 48b y 48c se observa esta comparación sobre el SA, SH y SE, respectivamente y en la figura 48d se presentan los tres en conjunto. En los tres casos la capacidad de predicción fue excelente, alcanzando un coeficiente de correlación de 0.99, permitiendo obtener una red neuronal artificial adecuadamente entrenada. Por otro lado, retomando lo estudiado en el capítulo 2 de este trabajo, existen diversos modelos de ecuaciones lineales multivariantes para el cálculo de energía de falla de apilamiento, estas se diseñan realizando un tratamiento de datos. Por lo tanto, fue necesario comparar la red neuronal artificial con los modelos previamente publicados, incluyendo el modelo propuesto dentro del mismo trabajo de Yonezawa et al. [16]. Empleando las composiciones químicas caracterizadas respecto al SA los modelos reportados en las referencias 16, 35 y 45-47 y la red neuronal artificial diseñada. En este trabajo fueron evaluados con el objetivo de analizar su precisión de cada uno. La razón por la cual solo se consideró el caso SA, fue debido a que la propuesta está basada en ese tratamiento, además de ser el tratamiento más comúnmente empleado. En la figura 48e se muestra la comparación de los resultados de SFE realizados por los modelos y la RNA antes mencionados. Y para una mejor percepción se hizo un ajuste de escala, presentado en la figura 48f.

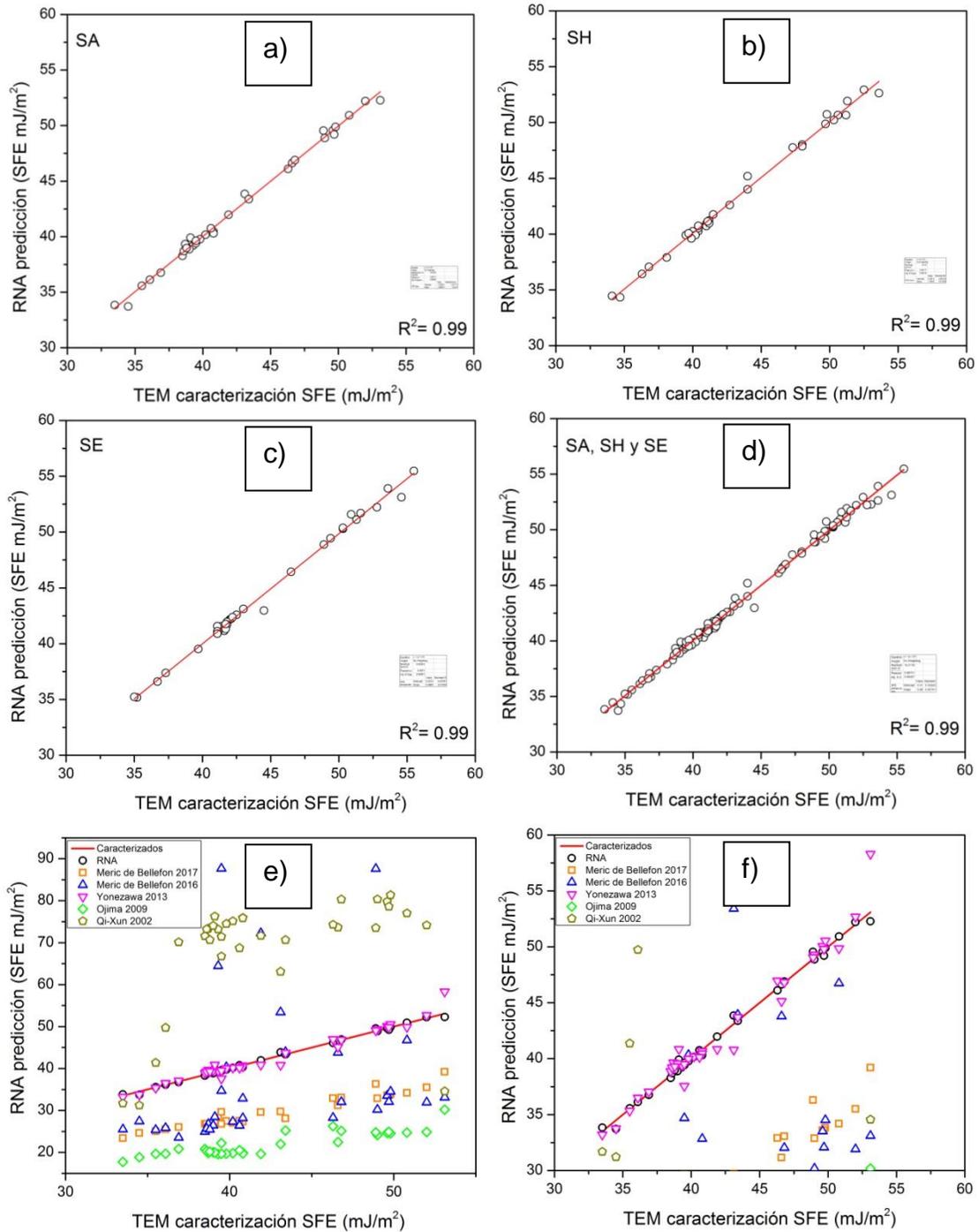


Figura 48. Comparación de valores de SFE caracterizados y predichos a-d) SA, SH, SE e-f) SA utilizando modelos reportados y RNA propuesta.

Una vez evaluado el desempeño de la RNA, se utilizó para analizar el cambio de SFE sobre el rango de composición química propuesto en el diagrama Schaeffler-Delong (mostrado en el siguiente apartado). Por lo tanto, fue necesario verificar el rango de predicción. Los rangos de cada elemento químico en peso se muestran en la tabla 5.

Tabla 5. Rango de predicción de la RNA.

Elemento	Máximo	Mínimo
Carbono	0.075	0.0006
Nitrógeno	0.107	0.001
Silicio	1.82	0.01
Manganeso	3.95	0.01
Fósforo	0.03	0.004
Azufre	0.0024	0.0002
Níquel	19.85	10.8
Cromo	24.11	13.09
Molibdeno	2.7	0.04

4.2.6. Propuesta de composición química y tratamiento térmico.

Una vez consideradas las restricciones de la norma ASTM F 139, el diagrama Schaeffler-Delong, resultados de experimentos sobre diferentes tratamientos térmicos y la RNA, fue posible elaborar la propuesta final de composición química de aleación y tratamiento térmico.

4.2.6.1. Solución a las ecuaciones correspondientes al área propuesta sobre el diagrama Schaeffler-Delong (cromo equivalente).

Considerando la norma y la red neuronal artificial se verificó que los elementos que se necesitaban conforme a las ecuaciones y restricciones se encontraran en el rango permitido de la norma y en el de predicción de la RNA. En la tabla 6 se muestran las restricciones de la norma para estos elementos, también los rangos de predicción de la red neuronal para los mismos.

Tabla 6. Rangos de Cr, Mo y Si en la norma ASTM F 139 y RNA propuesta.

Elemento	Norma ASTM F 139	RNA
Cromo	Máximo: 19.20	Máximo: 24.11
	Mínimo 17.20	Mínimo: 13.09
Molibdeno	Máximo: 3.10	Máximo: 2.70
	Mínimo:2.15	Mínimo: 0.04
Silicio	Máximo 0.80	Máximo: 1.82
		Minimo:0.01

Inicialmente se propone el área dentro del diagrama Schaeffler-Delong, el primer paso fue encontrar valores mínimos para el cromo y molibdeno, ambos dentro de la ecuación del cromo equivalente (ecuación 3), que así mismo cumpliera la condición de $PRE \geq 26$ establecida en la norma. Se evaluó la función del PRE con los valores mínimos a máximos de los rangos establecidos por la norma. En la figura 49 se muestra la función evaluada y por consiguiente los diferentes valores de PRE obtenidos en función del

romo y molibdeno. Se encontraron diversas combinaciones que cumplen la restricción mínima $PRE=26$. Se generó un rango de búsqueda utilizando la combinación mínima y máxima encontradas, posteriormente se realizó el mismo proceso anterior, es decir, evaluar la función cromo equivalente. Con respecto al silicio que se encuentra dentro de la ecuación, se propuso fijo, con un valor de $Si=0.01$. Lo anterior debido a que la RNA predice desde ese valor mínimo y en la norma no especifica un mínimo de partida.

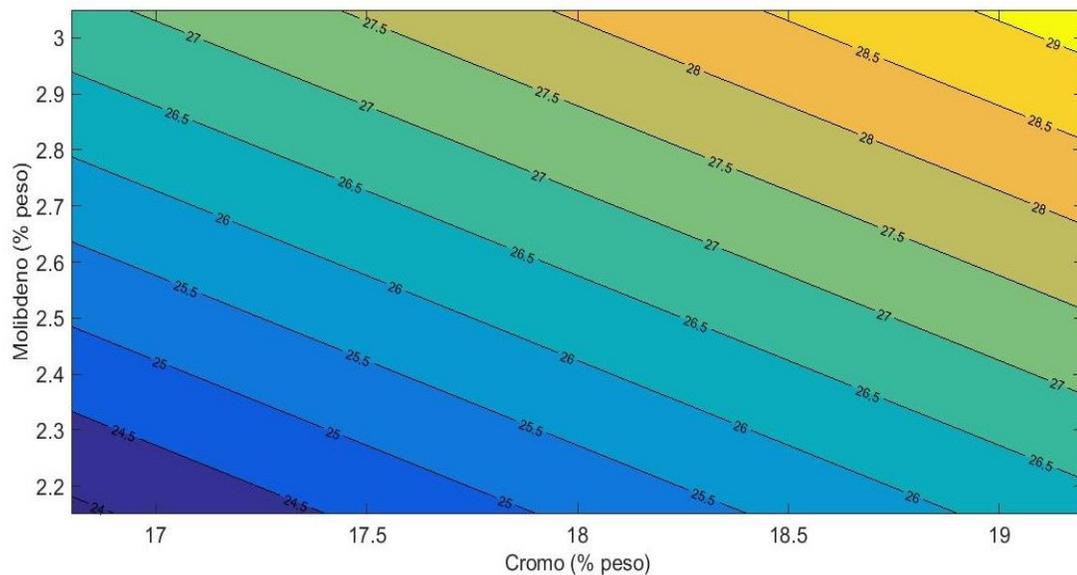


Figura 49. Evaluación de la función:

$$PRE = \%Cr + (3.3 * \%Mo)$$

$$\{Min_{Norma} \leq \%Cr \leq Max_{Norma}\}, \{Min_{Norma} \leq \%Mo \leq Max_{Norma}\}$$

En la figura 50 se presenta el comportamiento de la función variando cromo y molibdeno con silicio constante. Como se observa en la figura 50 existen combinaciones para cromo equivalente con valor incluso de 19, lo cual tendría una buena posición en el diagrama Schaeffler-Delong, sin embargo se encontró un problema utilizando este método, no todas las combinaciones dentro de los rangos encontrados volvían a cumplir la condición $PRE=26$. En consecuencia se descartó esta opción para hallar los mínimos.

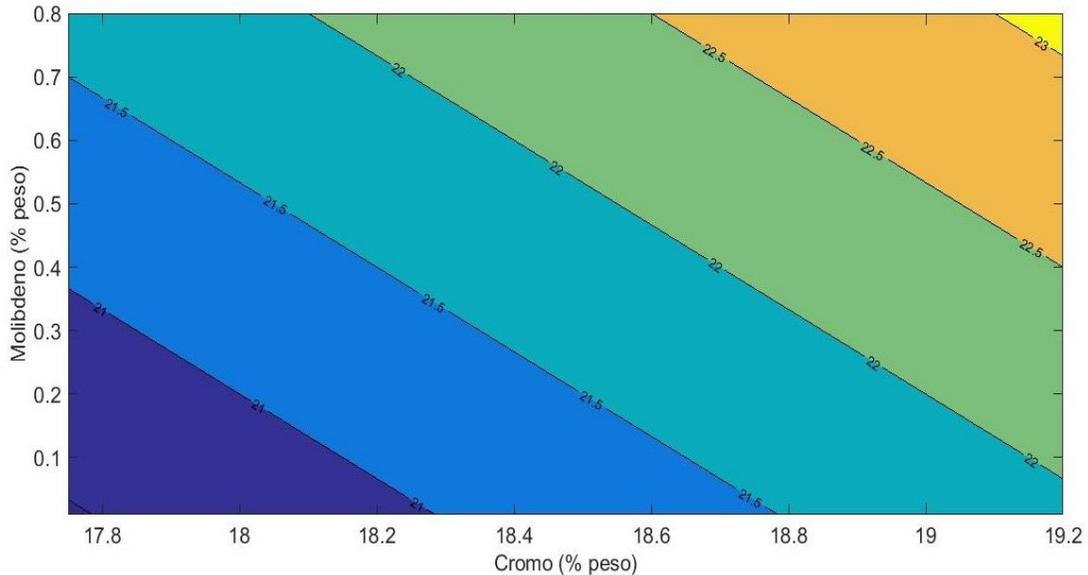


Figura 50. Evaluación de la función:

$$Cromo_{Equivalente} = \%Cr + \%Mo + (1.5 * Si)$$

$$\{Min_{PRE} \leq \%Cr \leq Max_{PRE}\}, \{Min_{PRE} \leq \%Mo \leq Max_{PRE}\},$$

$$\{Si = cte. = Min_{RNA} = 0.01\}$$

Por otro lado y tomando ventaja de que se conoce el valor mínimo del silicio en la ecuación del cromo equivalente, se realizó un sistema de ecuaciones, con el objetivo de calcular los porcentajes por medio de un método analítico. A continuación se muestra el sistema de ecuaciones y su solución.

$$[1] PRE = \%Cr + (3.3 * \%Mo)$$

$$[2] Cromo_{Equivalente} = \%Cr + \%Mo + (1.5 * Si)$$

$$\{Si = cte. = Min_{RNA} = 0.01\}, \{PRE = cte. = Min_{Norma} = 26\}$$

$$\{Cromo_{Equivalente} = cte. = Min_{Propuesto} = 20\}$$

Por lo tanto, el sistema se puede escribir como:

$$[1] 26 = \%Cr + (3.3 * \%Mo)$$

$$[2] 20 = \%Cr + \%Mo + 0.015$$

Despejando Cr , de [1].

$$\%Cr = 26 - (3.3 * \%Mo)$$

Sustituyendo en [2].

$$20 = (26 - (3.3 * \%Mo)) + \%Mo + 0.015$$

$$26 + 0.015 - 2.3 * \%Mo = 20$$

$$\%Mo = \frac{20 - 26 - 0.015}{-2.3} = 2.61$$

Sustituyendo $\%Mo$ en [2]

$$\%Cr = 26 - (3.3 * 2.61) = 17.387$$

Como se observa, para un valor de cromo equivalente propuesto de 20 (el cual tendría una posición muy buena en el diagrama Schaeffler-Delong), la solución es benéfica para el cromo. Por el contrario, el molibdeno presenta un resultado de 2.61, el cual es muy alto para ser el mínimo propuesto, ya que se buscó obtener rangos de composición química accesibles para los diseñadores, es decir, no demasiado restringidos. El rango de predicción de la RNA tiene un máximo respecto al molibdeno de 2.7 %peso, la norma establece un máximo de 3.10 %peso con tolerancia. No fue posible entrenar la RNA hasta ese porcentaje debido a la base de datos disponible, la cual no contiene aceros con contenidos de Mo en este rango. Por lo tanto el 2.7 %peso fue tomado inmediato como máximo. Como resultado se encontró que la solución analítica tampoco sería óptima, debido al rango estrecho que se obtendría para el mínimo del molibdeno (2.61-2.70 %peso). En consecuencia, para encontrar la mejor solución se eligieron solo las combinaciones conocidas que cumplen con la condición PRE. Sobre esos resultados obtenidos se analizaron los cambios de cada variable (elementos de aleación dentro de la ecuación). Particularmente el hallazgo del valor cromo equivalente máximo y mínimo fue sencillo utilizando este método.

Respecto al mínimo, las soluciones son mostradas en la parte izquierda de la tabla 7 con su respectivo cálculo de cromo equivalente, manteniendo de igual manera el contenido de silicio mínimo perteneciente a la RNA. Teniendo como valor mínimo obtenido:

$$Cromo_{Equivalente} = 17.75 + 2.50 + (1.5 * 0.01) = 20.265$$

Mientras que para el cálculo del máximo fue más sencillo (mostrados en la parte derecha de la tabla 7), ya que el molibdeno desde el inicio se optó por el valor de 2.7, por las razones antes mencionadas y el cromo equivalente se propuso con un valor de 22, esto para realizar el cálculo más sencillo, además que su posición no es crítica en el diagrama. Con respecto a la posición del máximo valor de cromo equivalente en el diagrama Schaeffler-Delong, el valor 22 podría ser parte de la primer línea de número de ferrita, sin embargo no sería crítica la cantidad de fases ferríticas posibles, ya que por los porcentajes en peso de elementos gammágenos que se propusieron (siguiente apartado) la fase austenítica se encontraría muy estable. Regresando a la tabla 7, se muestran en verde los mejores candidatos para propuesta, considerando que todas las combinaciones cumplen con la condición PRE, la selección se hizo en función de la dificultad que representará controlar los porcentajes restringidos en el proceso de aleación, además de la posición del mínimo cromo equivalente dentro del diagrama Schaeffler-Delong. Por otro lado, mostrado en rojo se seleccionó el porcentaje máximo de cromo y silicio. De esta manera los porcentajes mínimos y máximos con respecto al cromo equivalente finalmente fueron encontrados. El valor máximo obtenido es:

$$Cromo_{Equivalente} = 18.70 + 2.70 + (1.5 * 0.40) = 22$$

Tabla 7. Calculo de Cr equivalente mínimo y máximo.

$$\{Si = cte. = Min_{RNA} = 0.01\} \quad \{Cr_{Equivalente} = 22\},$$

$$\{Mo = cte. = Max_{RNA} = 2.70\}$$

Cromo	Molibdeno	Cromo	Silicio	Cromo
%Peso	%Peso	equivalente	%Peso	%Peso
16.80	2.79	19.60	1.67	16.80
16.90	2.76	19.67	1.60	16.90
16.93	2.75	19.69	1.58	16.93
17.00	2.73	19.74	1.53	17.00
17.10	2.70	19.81	1.47	17.10
17.20	2.67	19.88	1.40	17.20
17.26	2.65	19.92	1.36	17.26
17.30	2.64	19.95	1.33	17.30
17.40	2.61	20.02	1.27	17.40
17.50	2.58	20.09	1.20	17.50
17.59	2.55	20.15	1.14	17.59
17.60	2.55	20.16	1.13	17.60
17.70	2.52	20.23	1.07	17.70
17.80	2.48	20.30	1.00	17.80
17.90	2.45	20.37	0.93	17.90
17.92	2.45	20.38	0.92	17.92
18.00	2.42	20.44	0.87	18.00
18.10	2.39	20.51	0.80	18.10
18.20	2.36	20.58	0.73	18.20
18.25	2.35	20.61	0.70	18.25
18.30	2.33	20.65	0.67	18.30
18.40	2.30	20.72	0.60	18.40
18.50	2.27	20.79	0.53	18.50
18.58	2.25	20.84	0.48	18.58
18.60	2.24	20.86	0.47	18.60
18.70	2.21	20.93	0.40	18.70
18.80	2.18	21.00	0.33	18.80
18.90	2.15	21.07	0.27	18.90
18.91	2.15	21.07	0.26	18.91

4.2.6.2. Solución a las ecuaciones correspondientes al área propuesta sobre el diagrama Schaeffler-Delong (níquel equivalente).

Lo siguiente fue encontrar la solución adecuada para obtener el valor de níquel equivalente, conforme a lo encontrado en el cromo equivalente, se propuso un valor de níquel equivalente=18, el cual brinda una buena posición en conjunto con los valores máximo y mínimo del cromo equivalente. Respeto al máximo, simplemente se buscó maximizar la función, ya que, al contrario del cromo equivalente, los porcentajes altos de elementos gammágenos, en el diagrama Schaeffler-Delong no son perjudiciales. En la tabla 8 se muestran las restricciones de la norma para estos elementos, también los rangos de predicción de la red neuronal para los mismos.

Tabla 8. Rangos de Ni, C, N y Mn en la norma ASTM F 139 y RNA propuesta.

Elemento	Norma ASTM F 139	RNA
Níquel	Máximo: 15.15	Máximo: 19.85
	Mínimo 12.85	Mínimo: 10.80
Carbono	Máximo: 0.035	Máximo: 0.075
		Mínimo: 0.0006
Nitrógeno	Máximo: 0.110	Máximo: 0.107
		Mínimo 0.001
Manganeso	Máximo: 2.04	Máximo: 3.95
		Mínimo: 0.01

El níquel equivalente no se encuentra en función de los elementos requeridos dentro del PRE, por lo tanto, la solución de la ecuación se realizó respetando los rangos de norma y la RNA, cuidando que no se restringiera demasiado cada elemento componente de la ecuación (mismo objetivo en la búsqueda de las soluciones del cromo equivalente).

La ecuación y restricciones se muestran a continuación.

$$\text{Níquel}_{\text{Equivalente}} = \%Ni + (30 * \%C) + (30 * \%N) + (0.5 * \%Mn) = 18$$

$$\{ \text{Min}_{\text{Norma}} \leq \%Ni \leq \text{Max}_{\text{Norma}} \}, \{ \text{Min}_{\text{RNA}} \leq \%C \leq \text{Max}_{\text{Norma}} \},$$

$$\{ \text{Min}_{\text{RNA}} \leq \%N \leq \text{Max}_{\text{RNA}} \}, \{ \text{Min}_{\text{RNA}} \leq \%Mn \leq \text{Max}_{\text{Norma}} \}$$

Para encontrar la solución del valor mínimo de la ecuación anterior se propuso un valor de níquel equivalente de 18. Posteriormente y debido a que se tienen 4 elementos aleantes a variar, se probaron contenidos al 50% del máximo requerido en la norma. En consecuencia, cada elemento obtuvo un mínimo inicial equilibrado. De igual manera se evaluaron distintas combinaciones, en esta ocasión se realizaron a criterio propio, cuidando siempre la flexibilidad de los rangos para su diseño real. A continuación se presenta la solución a criterio más óptima. Es importante resaltar que no es la única solución óptima posible, sin embargo la obtención de estas soluciones (soluciones no dominadas) se reserva para un trabajo posterior, por algún método heurístico, por ejemplo, algoritmos genéticos. Las diversas soluciones no son mostradas debido a que se considera innecesario repetir el mostrar la búsqueda similar al apartado anterior.

Níquel equivalente mínimo:

$$Níquel_{Equivalente} = 14.70 + (30 * 0.025) + (30 * 0.06) + (0.5 * 1.5) = 18$$

En el caso del máximo fue sencillo encontrar la solución, ya que a partir de los mínimos conocidos se plantearon los máximos porcentajes de elemento en peso maximizando en función de la norma o de la RNA según el alcance del modelo predictivo. Lo anterior debido a que el incremento del níquel equivalente no influye en la obtención del número de ferrita, ya que son elementos gammágenos.

La ecuación y restricciones se muestran a continuación.

$$Níquel_{Equivalente} = \%Ni + (30 * \%C) + (30 * \%N) + (0.5 * \%Mn) = MAX$$

$$\{Min_{NíquelEquivalente} \leq \%Ni \leq Max_{Norma}\}, \{Min_{NíquelEquivalente} \leq \%C \leq Max_{Norma}\},$$

$$\{Min_{NíquelEquivalente} \leq \%N \leq Max_{RNA}\}, \{Min_{NíquelEquivalente} \leq \%Mn \leq Max_{Norma}\}$$

Níquel equivalente máximo:

$$Níquel_{Equivalente} = 15.15 + (30 * 0.035) + (30 * 0.107) + (0.5 * 2.04) = 20.43$$

Por lo tanto, finalmente se muestran los siguientes máximos y mínimos valores encontrados para las ecuaciones de cromo y níquel equivalente.

- $Cromo_{Equivalente} = 17.75 + 2.50 + (1.5 * 0.01) = 20.265$

- $Níquel_{Equivalente} = \%Ni + (30 * \%C) + (30 * \%N) + (0.5 * \%Mn) = 18$

- $Cromo_{Equivalente} = 18.70 + 2.70 + (1.5 * 0.40) = 22$

- $Níquel_{Equivalente} = 15.15 + (30 * 0.035) + (30 * 0.107) + (0.5 * 2.04) = 20.43$

En la figura 51 se muestra el área final propuesta en verde, considerando las restricciones anteriormente mencionadas. Sobre esta área usando la RNA se realizaron las predicciones de la SFE para observar el comportamiento de los rangos propuestos para los tres diferentes tratamientos térmicos. En particular el tratamiento de SA.

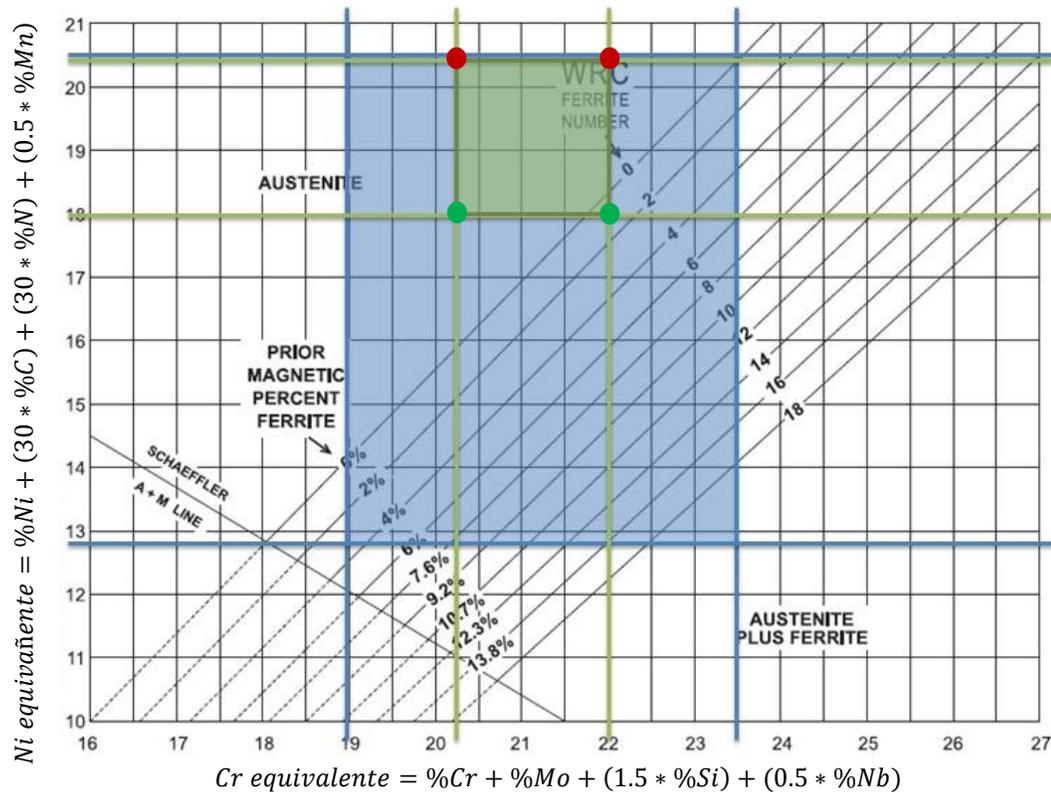


Figura 51. Rango de norma graficados en diagrama.

4.2.7. El efecto del tratamiento térmico y la composición química sobre la energía de falla de apilamiento.

Con el objetivo de analizar y entender mejor la SFE, previo a realizar su correspondiente mapeo sobre el área propuesta, se observaron los efectos del tratamiento térmico y la composición química en la SFE para los tres

tratamientos térmicos. A continuación se presenta el efecto de cada elemento de aleación, utilizando la RNA. El valor de predicción mínimo de la RNA se tomó para cada elemento hasta el valor máximo, aumentando solo un elemento (dejando los otros elementos constantes), obteniendo así su impacto en la SFE para los tres tratamientos térmicos.

- Efecto del carbono en la SFE

La figura 52a muestra el comportamiento de la SFE en función del aumento del contenido de carbono. Para SA, el SFE disminuye a bajas concentraciones y aumenta a altas concentraciones de carbono. Por otro lado, en SH y SE se observa que a bajas concentraciones, la SFE disminuye, pero por el contrario, permanece más estable con concentraciones más altas de carbono. Petrov y Yakubtsov [70] obtuvieron resultados similares con cálculos teóricos, obtuvieron la disminución de SFE con bajos contenidos de carbono y altos con su aumento.

- Efecto del nitrógeno en la SFE

El efecto del nitrógeno en la SFE para los tres tratamientos térmicos se muestra en la figura 52b. La RNA predice un comportamiento descendente de SFE en los tres casos, dependiendo del aumento en el contenido de nitrógeno. Estos resultados han sido obtenidos por varios autores experimentalmente. El principal problema es que para este tipo de aceros, el contenido de nitrógeno es limitado, lo que no permite analizar concentraciones más altas. Sin embargo, otros investigadores han encontrado resultados contrarios para el efecto del nitrógeno en SFE [53].

- Efecto del silicio en SFE

Según Schramm y Reed [23], el aumento en el contenido de silicio disminuye el SFE. También conserva la secuencia de transformación (CCC a HC) durante el enfriamiento y la deformación. Este comportamiento se muestra en

la figura 52c. La RNA predijo el mismo comportamiento reportado previamente [16, 44, 53].

- Efecto del manganeso en SFE

El aumento en el contenido de Mn genera incrementos en SFE. Se observa en la figura 52d para los tres tratamientos térmicos que su impacto es moderadamente alto. En varias investigaciones, se ha informado el mismo comportamiento con respecto a este elemento de aleación [16, 40, 44, 53].

- Efecto del fósforo y el azufre en SFE

En general, en los aceros, se agregan S y P para mejorar su maquinabilidad (contenidos mayores al 0.1%). Como la resistencia a la corrosión disminuye, en los aceros inoxidable austeníticos es conveniente mantener el contenido lo más bajo posible. Las figuras 52e y 52f muestran el efecto de ambos elementos en el SFE. La medición de su efecto es complicada, por lo que existe una falta de información en la literatura que pueda mostrar los resultados del efecto esperado en SFE. Por lo tanto, los comportamientos observados en las cifras mencionadas anteriormente se generan mediante la predicción de la RNA, que para demostrar su validación de desempeño es necesaria una caracterización experimental.

- Efecto del níquel en SFE

La figura 53a muestra el efecto de Ni en la SFE. Hay un gran aumento en SFE con respecto al aumento en el contenido de Ni. El aumento se debe al hecho de que el Ni influye en la dislocación de deslizamiento cruzado, generando más defectos en la red cristalina [44]. En los tratamientos de SA y SE se presentan comportamientos similares, excepto por los defectos generados por el SE (aumento de energía). Sin embargo, el SH muestra aumentos drásticos de energía en función del contenido de níquel. La razón puede atribuirse al exceso de contenido en Ni y la falta de otros elementos

de aleación. Las dislocaciones son mayores, como resultado del enfriamiento lento que obtienen el tiempo suficiente para modificar su concentración de equilibrio a alta temperatura. Esto no ocurre en los otros dos tratamientos, debido al enfriamiento rápido con agua [53].

- Efecto del cromo en SFE

La figura 53b muestra el impacto de Cr en SFE. Se ha informado de que el Cr no afecta significativamente a la SFE [16, 53, 72, 73]. Por lo tanto, en altos contenidos de cromo pero bajos contenidos de carbono, no se esperan muchos defectos (precipitación), por lo que la energía no dependerá de la formación de estos carburos de cromo. La diferencia encontrada en los tres tratamientos de calor puede explicarse por el tiempo de relajación de la fase. Por lo tanto, la SH contiene menos energía por su tiempo de enfriamiento prolongado, mientras que la SA conserva las tensiones residuales que pueden formarse por enfriamiento con agua. El SE presenta menos energía por el tratamiento a 650 °C durante dos horas; esto podría disipar una pequeña cantidad de estrés residual presente, obteniendo una baja disminución en la SFE.

- Efecto del molibdeno en SFE

El Mo en los aceros inoxidable austeníticos se agrega para mejorar la resistencia a la corrosión del material. La principal característica de la adición del Mo que se ha encontrado es la reducción de la movilidad de las dislocaciones [53, 74]. El SFE se incrementa en función del aumento del contenido de Mo. La figura 53c muestra este comportamiento para los tres tratamientos térmicos. Y como se mencionó, el aumento de energía entre los tratamientos dependerá del tipo de elemento que se esté estudiando y su efecto generado por el tratamiento térmico.

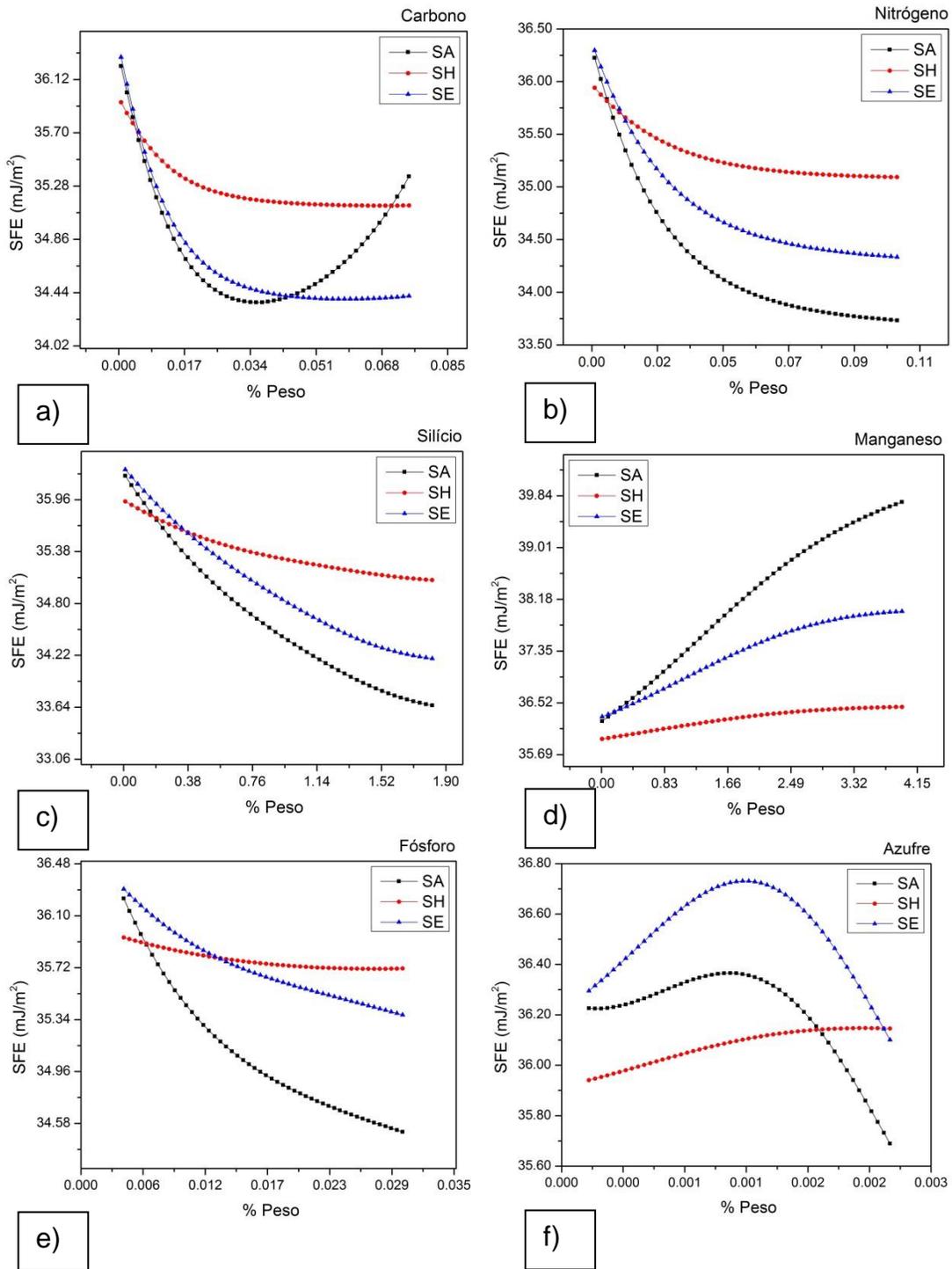


Figura 52. Efecto de los elementos de aleación y tratamientos térmicos sobre la SFE (a) Carbono b) Nitrógeno c) Silicio d) Manganeso e) Fósforo f) Azufre.

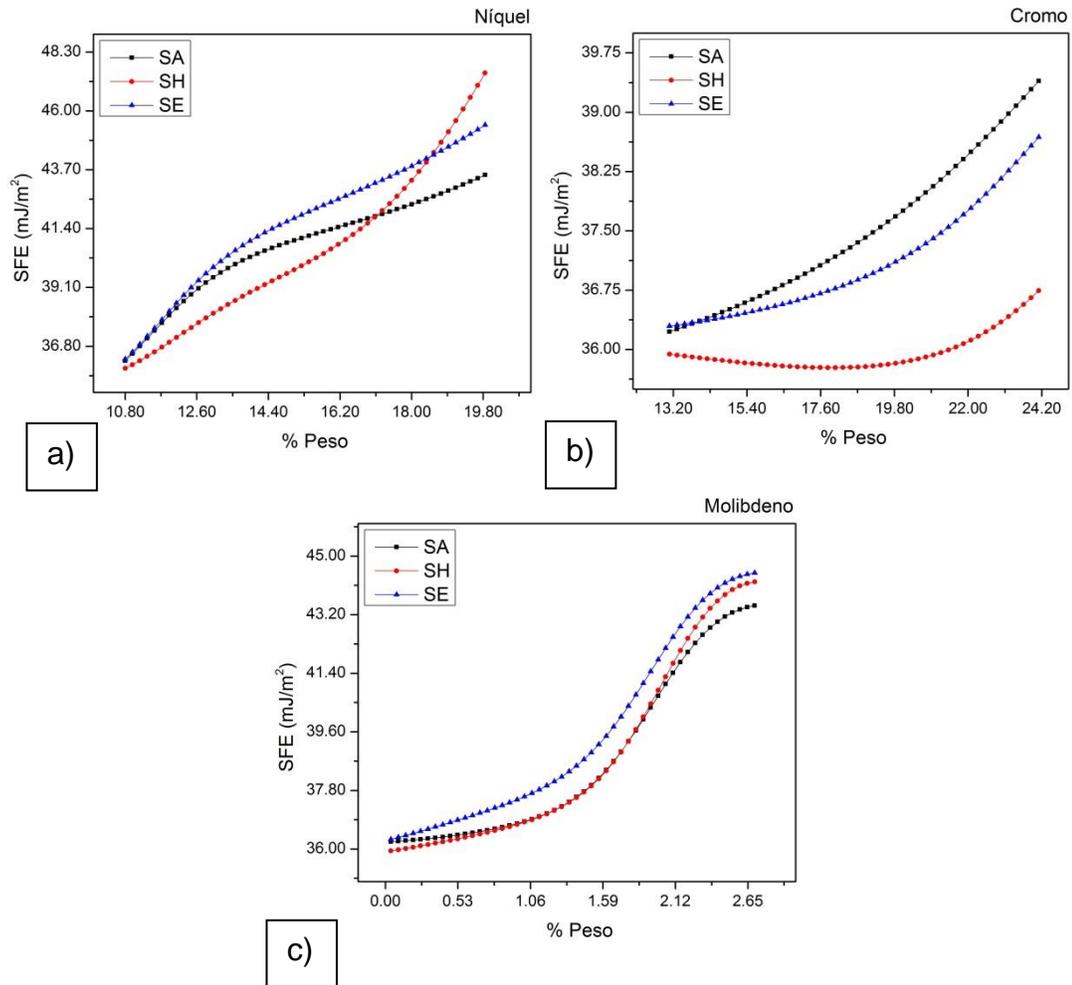


Figura 53. Efecto de los elementos de aleación y tratamientos térmicos sobre la SFE a) Níquel b) Cromo c) Molibdeno.

En las figuras 54a, 54b y 54c se muestra el comportamiento de todos los elementos que se explicaron anteriormente. Se observa que para el SH el efecto de los elementos es menos impactante, esto podría generarse debido a la estabilidad de la fase austenítica, ya que al enfriarse lentamente no hay tensiones residuales, obteniendo un orden atómico con más tiempo para alcanzar su estabilidad. Por otro lado, su aumento de energía en el cromo y molibdeno puede generarse por dislocaciones y deslizamiento cruzado,

generando más defectos en la red cristalina que podrían crearse durante el enfriamiento lento en el horno. En cuanto a SA y SE son comportamientos similares, pero la principal diferencia es la generación de precipitados en el SE, evidente en los límites de grano [1]. Estos generan más energía porque son defectos presentes en la red cristalina. Todos los efectos de los elementos de aleación en la SFE fueron similares a los reportados por diversos autores [16, 40, 44, 53, 70, 71-74].

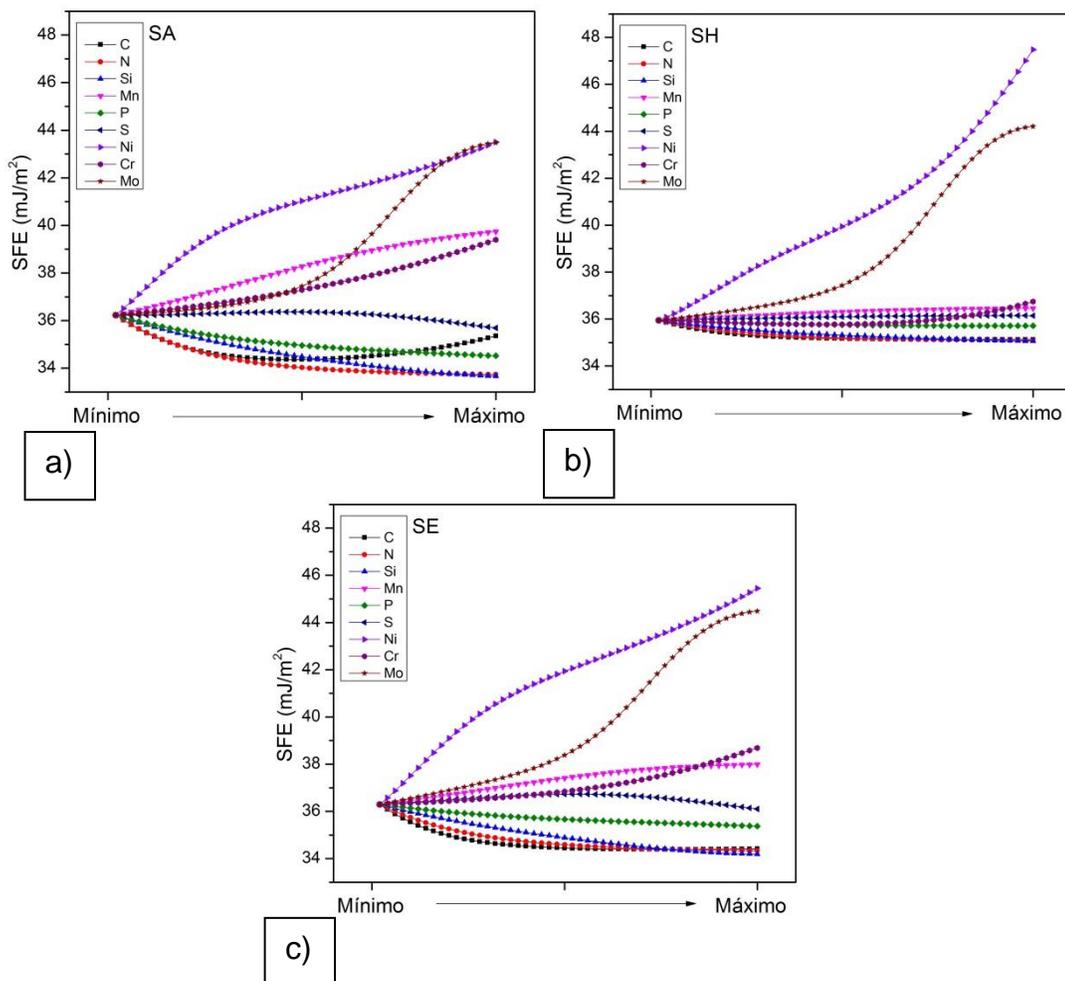


Figura 54. Efecto de los elementos de aleación y tratamientos térmicos sobre la SFE a) SA b) SH c) SE.

4.2.8. Mapeo de energía de falla de apilamiento sobre propuesta de composición química y tratamientos térmicos.

Finalmente, en este trabajo se realizó el mapeo de la energía de falla de apilamiento sobre el rango de composición química propuesto, que comprende un área específica dentro del diagrama Schaeffler-Delong (figura 51). En relación a los tres tratamientos térmicos se encontró que la SFE disminuye en función del aumento del porcentaje en peso de elementos (gamágenos y alfégenos). Por el contrario en el caso de alguna diferencia entre ambos se presentan energías mayores. Es importante mencionar que particularmente sobre el área mapeada no son aumentos considerablemente grandes, sin embargo usando el modelo predictivo se pudo apreciar el comportamiento en toda el área, es decir, con diferentes combinaciones de elementos de aleación. El objetivo de usar el modelo predictivo fue observar en que parte del área se encontraría más estable la red cristalina. Los resultados son congruentes con la característica de la zona dentro del área, ya que específicamente la energía disminuye en las zonas lejos del número de ferrita, es decir, aproximadamente fase austenítica pura. Los comportamientos para el SA, SH y SE se muestran a continuación en las figuras 55, 56 Y 57 respectivamente.

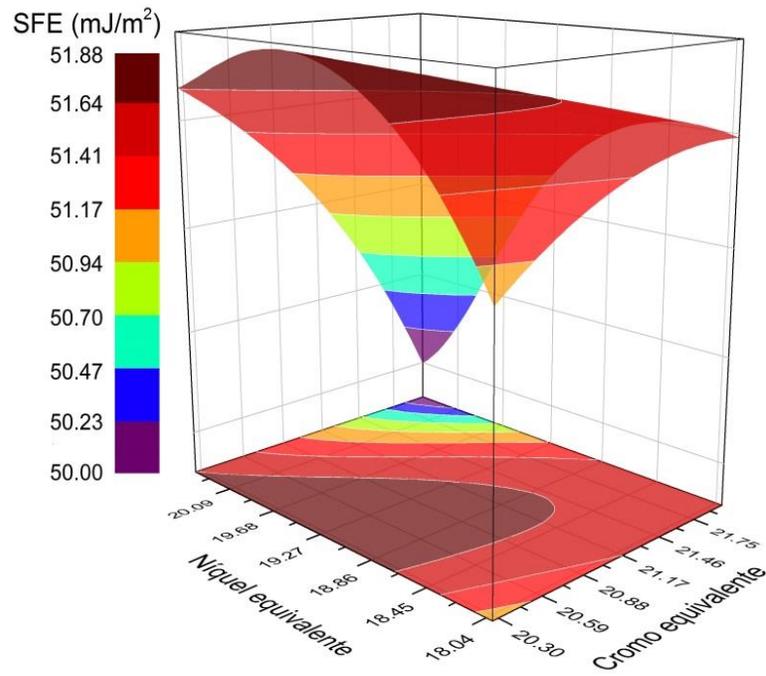


Figura 55. SFE en el SA.

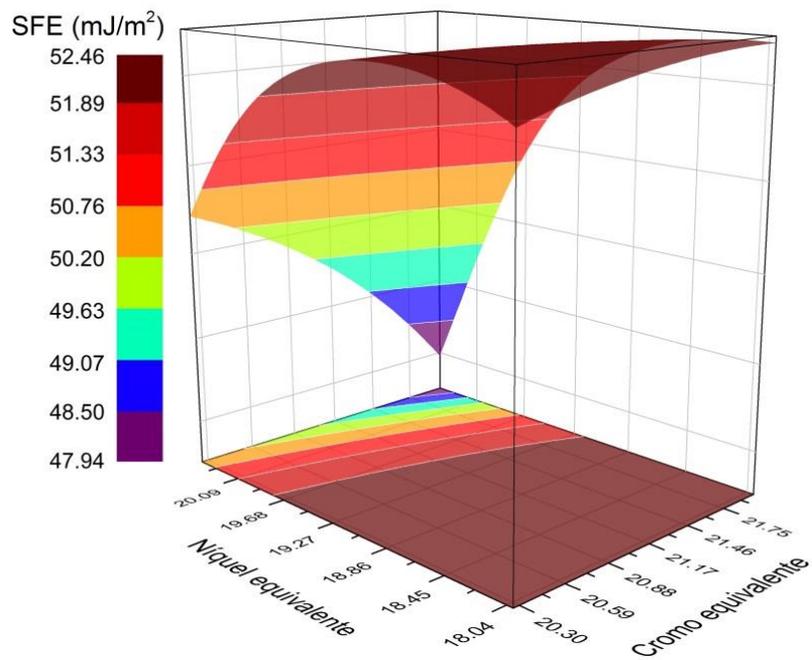


Figura 56. SFE en el SH.

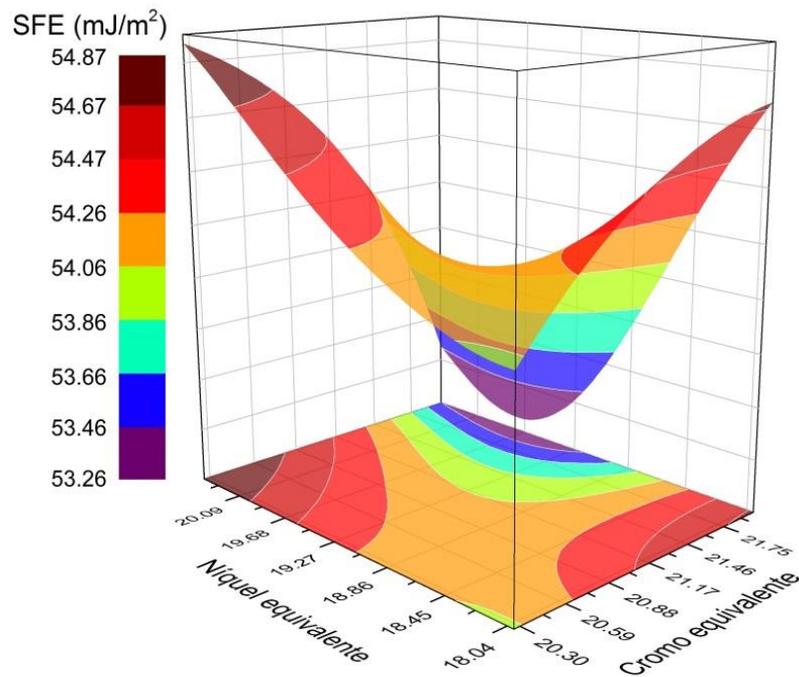


Figura 57. SFE en el SE.

4.2.9. Composición química y tratamiento térmico propuestos.

Finalmente, con el proceso descrito en los apartados anteriores se propone la composición química mostrada en la tabla 9 y el tratamiento térmico de solubilizado por una hora a 1050 °C y enfriado rápido en agua (SA). La razón radica en el cumplimiento de las restricciones de composición química y número PRE de la norma ASTM F 139, la buena posición dentro del diagrama Schaeffler-Delong, la microestructura, la cual presenta una buena forma de fase austenítica, tamaño de precipitados promedio y poca cantidad de ellos, y finalmente, la SFE sobre la propuesta muestra energía predicha relativamente menor a los tratamientos de SH y SE. Por último, respecto a los elementos de aleación fósforo y azufre, fueron propuestos sólo por la RNA, en consecuencia de la falta de estudio sobre estos aceros, además que son considerados en algunos casos como contaminantes o elementos

en muy baja concentración para mejorar la maquinabilidad de los aceros inoxidables.

Tabla 9. Rangos de composición química propuesta.

Elemento	Máximo	Mínimo
Carbono	0.035	0.025
Nitrógeno	0.107	0.060
Silicio	0.400	0.010
Manganeso	2.04	1.50
Fósforo	0.025	0.004
Azufre	0.002	0.000
Níquel	15.15	14.70
Cromo	18.70	17.75
Molibdeno	2.70	2.50

4.3. Observaciones respecto de la falla por picadura y de la optimización de la composición química.

Falla por picadura. El principal problema que presentan ambos tornillos es el incumplimiento de la norma ASTM F 139, específicamente sobre las restricciones de composición química. Se mencionan ambos, a pesar de que en unos casos no se presentó falla, debido a que en éste último se esperaría que también presentara picadura por la carencia de cromo en la aleación. Por otro lado, con la caracterización de ambos implantes se puede observar que también existe la posibilidad de un problema en el proceso metalúrgico mecánico, lo que provoca deformación plástica, obteniendo formación de precipitados y reordenamientos atómicos, en consecuencia, picado. Es muy importante considerar también que ambos materiales respecto a la caracterización de dureza presentan altas propiedades mecánicas, lo cual, a pesar de ser buena propiedades, para el caso específico del uso de los implantes, resulta en la clara presencia de defectos en ellos, generados por lo antes mencionado. Por lo tanto, respecto a los resultados encontrados, el proceso de elaboración de los tornillos de implante debe ser inmediatamente corregido y ajustado a la norma, considerando el efecto de la deformación provocado en el proceso de manufactura.

Optimización de composición química. La elaboración de la propuesta de composición química se realizó considerando los parámetros dentro de los alcances del trabajo. Las restricciones de la norma, tratamiento térmico, el diagrama Schaeffler-Delong y la energía de falla de apilamiento, permiten englobar muchas de las propiedades contra la falla por picadura de estos materiales. La limitación de la presente propuesta radica en la falta de experimentación, la cual complementarían los resultados obtenidos. Sin embargo, con los resultados de la propuesta y los tratamientos térmicos realizados experimentalmente, puede considerarse como una optimización o propuesta sólida, ya que, lo encontrado en la caracterización experimental y

relacionando los diferentes parámetros como fue realizado, la falla real por picadura también puede explicarse. Finalmente es importante mencionar que el modelo predictivo puede proveer soporte para el diseño de este tipo de aceros inoxidable austeníticos, los cuales tienen aplicaciones especiales, de alto control de calidad. Utilizando la RNA se puede aproximar a la SFE real, proporcionando una idea del estado en el que se encontraría la red cristalina en función de los elementos de aleación y su tratamiento térmico. Por supuesto para ser completamente viable su uso, es necesario realizar validaciones experimentales.

Capítulo 5. Conclusiones finales y recomendaciones-trabajos posteriores.

Conclusiones.

La falla por picadura fue confirmada por la presencia de defectos en el tornillo, asociada a la presencia de precipitados de cromo. El análisis elemental cuantitativo vía absorción atómica confirmó que ambos implantes contienen los mismos elementos de aleación, con diferentes concentraciones. En base a la norma ASTM F 139 ambos tornillos no cumplen las restricciones de composición química, lo cual justifica que la falla por picadura se pudiera generar. El ensayo de microdureza Vickers demostró que ambos tornillos tienen mayores propiedades mecánicas que los aceros inoxidable comunes de la misma serie, esto es posible relacionarlo con las bandas de deformación plástica encontradas por el microscopio electrónico de barrido. Confirmando que en el proceso de conformado mecánico están deformando los tornillos, endureciéndose por deformación plástica, mejorando las propiedades mecánicas pero disminuyendo su resistencia al picado, debido a la formación de precipitados y a la probable formación de ferrita.

Considerando las restricciones de composición química (% de elementos en peso) y el número PRE, ambos en la norma ASTM F 139, y el diagrama Schaeffler-Delong, se propusieron los rangos de composición química sobre un área específica del diagrama antes mencionado, donde es posible obtener una microestructura austenítica en su totalidad. El mejor tratamiento térmico fue el solubilizado por una hora a 1050 °C y posterior enfriamiento rápido en agua. Fue posible realizar el mapeo de energía de falla de apilamiento sobre los rangos propuestos sobre el diagrama antes mencionado, empleando una red neuronal artificial diseñada, encontrándose que el desempeño predictivo fue excelente. . Considerando las restricciones

de la norma, el tratamiento térmico, el área propuesta sobre el diagrama Schaeffler-Delong (rangos de composición química) y el mapeo de SFE fue posible proponer un rango de composición química permitida y el tratamiento térmico deseable. Este último debe evitar que: se formen nuevas fases, reducir la susceptibilidad magnética alta, inhibir la precipitación y en general una reactividad alta en la red cristalina, y en consecuencia, asegurar la obtención de un material con excelentes propiedades contra la corrosión por picadura y biocompatible.

Recomendaciones-trabajos posteriores.

El presente trabajo puede y debe complementarse mediante la obtención de más casos similares y observar si la falla se está produciendo por el mismo mecanismo. Con el objetivo de analizar el tipo de precipitado que se tiene, estos deben caracterizarse. Por otro lado, un análisis cuantitativo de carbono determinaría si el problema es en su mayoría la concentración de este elemento. Con respecto a la deformación, es necesario supervisar el proceso de manufactura para observar la deformación plástica que se está generando y corregir de inmediato.

Para obtener una mejor propuesta, el efecto de la deformación plástica debe ser estudiado. Partiendo por su efecto sobre la microestructura y precipitación, hasta la evaluación de la energía de falla de apilamiento en función del porcentaje de deformación. Por otro lado, realizar validaciones experimentales de la actual propuesta ajustaría el factor de error que se tiene y no es posible probarlo en el alcance actual. Finalmente, serían muy complementarias realizar simulaciones por métodos de primeros principios de mecánica cuántica, comparar con la caracterización de la SFE vía microscopía electrónica de transmisión, el modelo predictivo realizado en este trabajo y el que se propone modificarlo adicionando el factor de deformación.

Referencias.

[1] Adrián Inchaurreza Zabala, Aceros inoxidables y aceros resistentes al calor, propiedades, transformaciones y normas, primera edición, LIMUSA (1981).

[2] A designers' handbook series No. 9 002, Welding of stainless steels and other joining methods, Committee of Stainless Steel Producers, American Iron and Steel Institute (1979).

[3] Roger A. Covert and Arthur H. Tuthill, Stainless Steels: An Introduction to Their Metallurgy and Corrosion Resistance, *Dairy, Food and Environmental Sanitation*, 20 (7) (2000) 506-517.

[4] ©INDURA S.A., Industria y Comercio, Manual aceros inoxidables, Inscripción en el Registro de Propiedad Intelectual N°188546, (2010).

[5] R. Gregoruttia, J.E. Graua, J. Desimonib, C.I. Elsnerc, Caracterización del acero inoxidable dúplex para su posible uso como biomaterial, *11º Congreso Binacional de Metalurgia y Materiales SAM / CONAMET* (2011).

[6] J. Charles, J.-D. Mithieux, P.-O. Santacreu and L. Peguet, The ferritic stainless family: the appropriate answer to nickel volatility?, *Metallurgical Research & Technology*, 106 (3) (2009) 124 – 139.

[7] A. Pardo, M.C. Merino, A.E. Coy, F. Viejo, R. Arrabal, E. Matykina, Pitting corrosion behaviour of austenitic stainless steels – combining effects of Mn and Mo additions, *Corrosion Science* 50 (2008) 1796–1806.

[8] A. Pardo,*, M.C. Merino, A.E. Coy, F. Viejo, R. Arrabal, E. Matykina, Effect of Mo and Mn additions on the corrosion behavior of AISI 304 and 316 stainless steels in H₂SO₄, *Corrosion Science* 50 (2008) 780–794.

[9] F. Ernst, Y. Cao, G.M. Michal, A.H. Heuer, Carbide precipitation in austenitic stainless steel carburized at low temperature, *Acta Materialia* 55 (2007) 1895–1906.

- [10] G.H. Aydog˘du, M.K. Aydinol, Determination of susceptibility to intergranular corrosion and electrochemical reactivation behaviour of AISI 316L type stainless steel, *Corrosion Science* 48 (2006) 3565–3583.
- [11] Martin Matulaa, Ludmila Hyspeckaa, Milan Svobodab, Vlastimil Vodareka, Catherine Dagbertc, Jacques Gallandc, Zuzana Stonawskaa, Ludek Tuma, Intergranular corrosion of AISI 316L steel, *Materials Characterization* 46 (2001) 203– 210.
- [12] D.N. Wasnik, G.K. Dey, V. Kain, I. Samajdar, Precipitation stages in a 316L austenitic stainless steel, *Scripta Materialia* 49 (2003) 135–141.
- [13] Colin Honess, Swinden technology centre, Corus RD&T & Alan Harrison, Stainless steel advisory service, Stainless steel industry, August 2006.
- [14] M.D. Pereda, K.W. Kang, R. Bonetto, C. Llorente, P. Bilmes, C. Gervasi, Impact of surface treatment on the corrosion resistance of ASTM F138-F139 stainless steel for biomedical applications, *Procedia Materials Science* 1 (2012) 446 – 453.
- [15] Shu-Xin Li, Yan-Ni He, Shu-Rong Yu, Peng-Yi Zhang, Evaluation of the effect of grain size on chromium carbide precipitation and intergranular corrosion of 316L stainless steel, *Corrosion Science* 66 (2013) 211–216.
- [16] Toshio, Y., Ken, S., Suguru, O., Atsushi H., The Effect of Chemical Composition and Heat Treatment Conditions on Stacking Fault Energy for Fe-Cr-Ni Austenitic Stainless Steel, *Metallurgical and Materials Transactions A* 44 (2013) 5884.
- [17] L. D. Flansburg, N. Hershkowitz, Magnetism in Austenitic Stainless Steels, *Journal of Applied Physics* 41 (10) (1970) 4082.
- [18] Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, Sheyla Santana de Carvalho, Pedro de Lima Neto, Ricardo Pires dos Santos, Válder Nogueira Freire, Paulo Maria de Oliveira Silvab, Sérgio Souto Maior Tavares, Deformation Induced Martensite in an AISI 301LN Stainless Steel: Characterization and Influence on Pitting Corrosion Resistance, *Materials Research*, 10 (4) (2007) 359-366.

- [19] Amar K. De, David C. Murdock, Martin C. Mataya, John G. Speer, David K. Matlock, Quantitative measurement of deformation-induced martensite in 304 stainless steel by X-ray diffraction, *Scripta Materialia* 50 (2004) 1445–1449.
- [20] BY A. W. Brewer, R. L. Moment, Techniques and Standards for Measuring Ferrite in Austenitic Stainless Steel Welds, *Welding Research Supplement*, (1976).
- [21] Designation: F 139 – 03, Standard Specification for Wrought 18Chromium-14Nickel-2.5Molybdenum Stainless Steel Sheet and Strip for Surgical Implants (UNS S31673), *Copyright © ASTM International*, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States.
- [22] Pierre Guiraldenq, Olivier Hardouin Duparc, The genesis of the Schaeffler diagram in the history of stainless steel, *Metallurgical Research Technology* 114 (2017) 613.
- [23] D. L. Olson, Prediction of Austenitic Weld Metal Microstructure and Properties, *Welding Research Supplement*, (1985) 281-295.
- [24] D. J. Kotecki, T. A. Siewert, WRC-1992 Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metals: A Modification of the WRC-1988 Diagram Refined constitution diagram offers more accurate FN prediction for Cu-containing stainless steels and dissimilar metal joints, *Welding Research Supplement*, (1992) 171-178.
- [25] Sérgio Duarte Brandi, Cláudio Geraldo Schön, A Thermodynamic Study of a Constitutional Diagram for Duplex Stainless Steels, *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 38 (2017) 268–275.
- [26] Gregor Jacob, Prediction of Solidification Phases in Cr-Ni Stainless Steel Alloys Manufactured by Laser Based Powder Bed Fusion Process, *National Institute of Standards and Technology*, NIST Advanced Manufacturing Series March (2018) 100-114.

- [27] Mehmet Türker, Alpay Tamer Ertürk, Erdem Karakulak, Ersin Asım Güven, Effects of Different Heat Treatments on Microstructure, Toughness and Wear Behavior of G-X 10CrNiMoNb 18-10 Cast Austenitic Stainless Steel, *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 71 (4) (2018) 1033–1040.
- [28] Priceputu I.L., Moisa B., Chiran A., Nicolescu G., Bacinschi Z., Delta ferrite influence in aisi 321 stainless steel welded tubes, *The Scientific Bulletin of VALAHIA University, Materials and Mechanics*, 6 (9) (2011) 87-96.
- [29] Ceorapin-Torok C.G., Iovanas D.M., Iovanas R., Excel implementation of schaeffler and delong diagrams, ANNALS of the Oradea University, *Fascicle of Management and Technological Engineering*, Volume 9 (19) (2010) 2.17-2.24.
- [30] John Price Hirth, Theory of dislocations, Second edition, Krieger publishing company, 1982.
- [31] Hojjat Gholizadeh, The Influence of Alloying and Temperature on the Stacking-fault Energy of Iron-based Alloys, PhD Thesis, Leoben, (2013).
- [32] Swann, P.R. Dislocation Substructure vs Transgranular Stress Corrosion Susceptibility Of Single Phase Alloys, *Corrosion* 19 (1963) 102.
- [33] Rhodes, C.G., Thompson, A.W., The composition dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels, *Metallurgical and Materials Transactions A* 8 (1977) 1901.
- [34] Yakubtsov, I. A., Ariapour, A., Perovic, D. D. Effect of nitrogen on stacking fault energy of f.c.c. iron-based alloys, *Acta Materialia* 47 (4) (1999) 1271-1279.
- [35] Ojima, M., Adachi, Y., Tomota, Y., Katada, Y., Kaneko, Y., Kuroda, K., Saka, H. Weak Beam TEM Study on Stacking Fault Energy of High Nitrogen Steels, *Steel Research International* 80 (2009) 477.
- [36] Pierce, D., Bentley, J., Jimenez, J., Wittig, J. Stacking fault energy measurements of Fe–Mn–Al–Si austenitic twinning-induced plasticity steels, *Scripta Materialia* 66 (2012) 753.

- [37] Lee, T.H., Ha, H.Y., Hwang, B., Kim, S.J., Shin, E. Effect of Carbon Fraction on Stacking Fault Energy of Austenitic Stainless Steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43A (2012) 4455.
- [38] Lu, J., Lars H., Erik H., Karin H. A., Mikael, G., Wei L., Levente, V., Ardeshir, G. tacking fault energies in austenitic stainless steels, *Acta Materialia* 111 (1) (2016) 39.
- [39] Smallman, R.E., Westmacott, K.H. Stacking faults in face-centred cubic metals and alloys. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 2 (1957) 669.
- [40] Reed, R.P., Schramm, R.E. Relationship between stacking-fault energy and x-ray measurements of stacking-fault probability and microstrain, *Journal of Applied Physics*, 45 (1974) 4705.
- [41] Huang, S.K., Wen, Y.H., Li, N., Teng, J., Ding, S., Xu, Y. G. Application of damping mechanism model and stacking fault probability in Fe–Mn alloy, *Materials Characterization*, 59 (6) (2008) 681.
- [42] Moallemi, M., Hanzaki, A.Z., Mirzaei, A., On the Stacking Fault Energy Evaluation and Deformation Mechanism of Sanicro-28 Super-Austenitic Stainless Steel, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 24 (2015) 2335.
- [43] Kang, M., Woo, W., Lee, Y.-K., Seong, B.-S., Neutron diffraction analysis of stacking fault energy in Fe–18Mn–2Al–0.6C twinning-induced plasticity steels, *Materials Letters* 76 (2012) 93.
- [44] Schramm, R.E., Reed, R.P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 6 (1975) 1345.
- [45] Qi,X., An-Dong, W., Xiao-Nong, C., Xin-Min, L., Stacking fault energy of cryogenic austenitic steels, *Chinese Physics*, 11 (2002) 596.
- [46] Meric de Bellefon, G., Domain, C., van Duysen, J. C., Sridharan, K. *Conference Paper* (2016).

- [47] Meric de Bellefon, G., van Duysen, J.C., Sridharan, K., Composition-dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels through linear regression with random intercepts, *Journal of Nuclear Materials* 492 (2017) 227.
- [48] Olson, G.B., Cohen, M. A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC \rightarrow HCP transformation, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 7 (1976) 1897.
- [49] Vitos, L., Nilsson, J., Johansson, B. Alloying effects on the stacking fault energy in austenitic stainless steels from first-principles theory, *Acta Materialia* 54 (2006), 3821.
- [50] Lu, S., Hu, Q.M., Johansson, B., Vitos, L. Stacking fault energies of Mn, Co and Nb alloyed austenitic stainless steels, *Acta Materialia*, 59 (2011) 5728.
- [51] Geissler, D., Freudenberger, J., Kauffmann, A., Martin, S., Rafaja, D. Assessment of the thermodynamic dimension of the stacking fault energy, *Philosophical Magazine*, 94 (2014) 2967.
- [52] Pierce, D., Jimenez, J., Bentley, J., Raabe, D., Oskay, C., Wittig, J. The influence of manganese content on the stacking fault and austenite/ ϵ -martensite interfacial energies in Fe–Mn–(Al–Si) steels investigated by experiment and theory, *Acta Materialia*, 68 (2014) 238.
- [53] Das, A. Revisiting Stacking Fault Energy of Steels, *Metallurgical and Materials Transactions, A* 47 (2015) 748.
- [54] Ponce Pedro, Inteligencia artificial con aplicaciones a la ingeniería, Primera Edición, Alfaomega Grupo Editor, S.A. de C.V., México (2010).
- [55] José T. Palma Méndez, Roque Marín Morales, Inteligencia Artificial, Técnicas, métodos y aplicaciones, primera edición en español, McGRAW-Hill/Interamericana de España, S. A. U (2008).
- [56] Fernando Mateo Jiménez, Redes neuronales y preprocesado de variables para modelos y sensores en bioingeniería, Tesis Doctoral, Universitat politècnica de Valencia, (2012).
- [57] Martin T. Hagan, Howard B. Demuth, Mark Hudson Beale, Orlando De Jesús, Neural Network Design, 2nd Edition, Martin Hagan (2014).

- [58] <https://www.tensorflow.org/> último acceso 23/01/2019
- [59] <https://onnx.ai/> último acceso 23/01/2019
- [60] <https://www.acumos.org/> último acceso 23/01/2019
- [61] Chiappetta, P., Colangelo, P., De Felice, P., Nardulli, G., Pasquariello, G. Higgs search by neural networks at LHC, *Physics Letters B*, 322, (3) (1994) 219-223.
- [62] Amr, R., Samy, K. H., *IntechOpen Applying Artificial Neural Networks*, DOI: 10.5772/51273 (2013).
- [63] Saeed, S., Rouein, H., Shokoufe, T., Alimorad, R. Neural network and genetic algorithm for modeling and optimization of effective parameters on synthesized ZSM-5 particle size, *Materials Letters*, 136 (2014) 138.
- [64] Yetim, A.F., Codur, M.Y., Yazici, M. Using of artificial neural network for the prediction of tribological properties of plasma nitrided 316L stainless steel, *Materials Letters*, 158 (2015) 170.
- [65] Baldi, P., Sadowski, P., Whiteson, D. Searching for exotic particles in high-energy physics with deep learning, *Nature communications*. doi: 10.1038/ncomms5308.
- [66] Jiménez-Come, M. J., Turias, I. J., Ruiz-Aguilar, J. J., Trujillo, F. Characterization of pitting corrosion of stainless steel using artificial neural networks, *Journal of Materials and Corrosion*, 66 (10) (2015) 1084.
- [67] William F. Gale, Terry C. Totemeier., *Smithells Metals Reference Book*, Eighth edition., Butterworth-Heinemann (2003)., ISBN 0080480969, 9780080480961.
- [68] Marquardt, D. W. An Algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters, *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics*, 11 (2) (1963) 431.
- [69] Hagan, M.T., Menhaj, M.B. Training feedforward networks with the Marquardt algorithm, *IEEE Transactions of Neural Networks*, 5 (6) (1994) 989.

[70] Petrov, N.Y., Yakubtsov, I.A. Thermodynamic Calculation of Stacking Fault Energy and its Effect on Fcc→Hcp Phase Transformation in Nitrogen Alloyed Stainless Steels, *Materials Science Forum*, 8 (1990) 889.

[71] Simmons, J.W. Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels, *Materials Science and Engineering A*, 207 (1996) 159.

[72] Prokoshkina, V., Kaputkina, L. Peculiarities of martensitic transformations and martensite structure in high nitrogen steels, *Materials Science Engineering A*, 482 (2008) 762-765.

[73] Bracke, L., Penning, J., Akdut, N., The Influence of Cr and N Additions on the Mechanical Properties of FeMnC Steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 38A (2007) 520.

[74] Yang, J.H., Wayman, M. Self-accomodation and shape memory mechanism of ϵ -martensite—I. Experimental observations, *Material Characterization*, 28 (1) (1992) 23.

Apéndices.

Figura A. Curva de calibración de ensayo de microdureza sobre muestra sin falla.

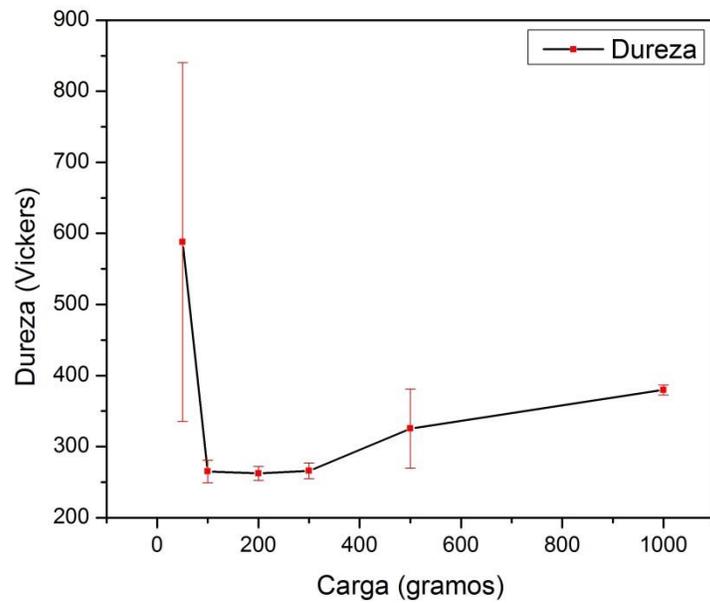


Figura B. Análisis cualitativo vía espectroscopia de energía dispersa de rayos X, realizado en la USAII, UNAM.

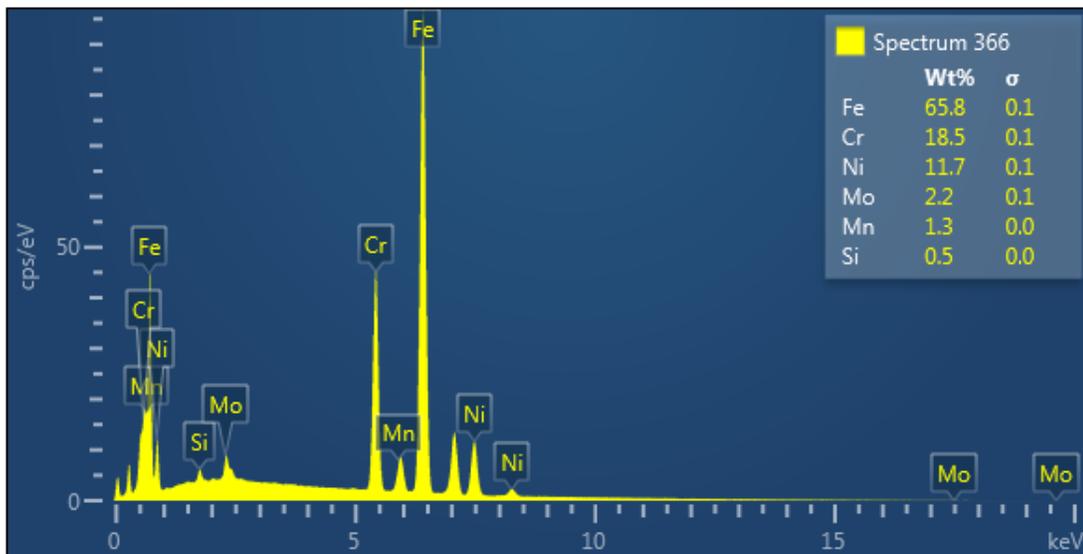


Figura C. Curva de calibración de ensayo de microdureza sobre SA.

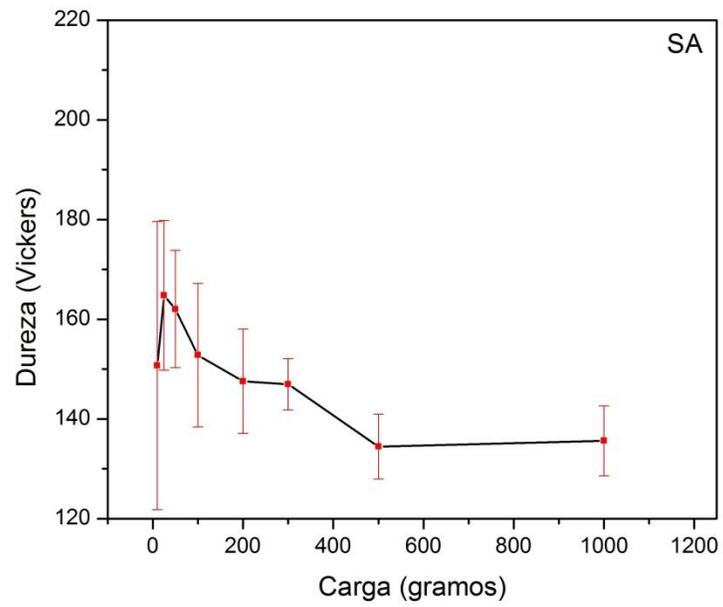
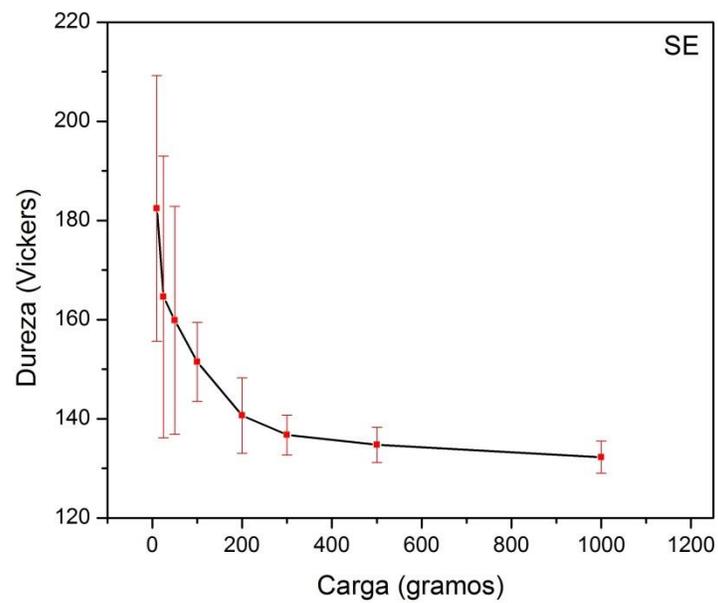


Figura D. Curva de calibración de ensayo de microdureza sobre SE.



Anexos.

El presente trabajo fue aprobado y presentado en los siguientes congresos (orden cronológico), así mismo se contó con el apoyo de estancia, brindado por el Instituto de Ciencias Físicas, UNAM, en el grupo de física atómica molecular y óptica experimentales, dentro del laboratorio de espectroscopia, liderado por el Dr. Horacio Martínez Valencia.

- **XXVII International Materials Research Congress, Cancun, México, 19-24 de Agosto 2018** (*memoria de congreso y presentación de póster*)



August 2018

TO WHOM IT MAY CONCERN
P r e s e n t

This is to certify that **Alfonso Monzamodeth Roman Sedano**, *Oswaldo Flores Cedillo, Arturo Molina Ocampo, Bernardo Campillo Illanes, Horacio Martinez Valencia, Itzel Reyes Chaparro* presented the contribution: USE OF ARTIFICIAL NEURAL NETWORKS IN THE STUDY OF PITTING FAILURE IN A SURGICAL STAINLESS STEEL IMPLANT as Poster modality, in the Machine Learning and Data Science in Materials Synthesis, Characterization and Modeling Symposium at the XXVII International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 19th to 24th, 2018.

Sincerely,

Claudia Gutiérrez-Wing
President

- **18º Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales SAM - CONAMET, San Carlos de Bariloche Argentina, 1-5 de Octubre 2018** (*memoria de congreso y presentación oral*)



18º Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales
SAM - CONAMET 2018

San Carlos de Bariloche ARG, 1-5 octubre 2018

Por medio del presente dejamos constancia que el trabajo titulado:

Estudio de la dependencia a la composición y energía de falla de apilamiento sobre la falla por picadura de un acero inoxidable quirúrgico

de I. Reyes-Chaparro, A. M. Román-Sedano, A. Molina Ocampo, B. Campillo-Illanes, H. Martínez-Valencia y O. Flores-Cedillo.

ha sido presentado en forma oral en el 18º Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales, llevado a cabo entre el 1 y el 5 de octubre de 2018 en la ciudad de San Carlos de Bariloche, Argentina.

Dra. Graciela Bertolino
 Presidente Comité Organizador
 SAM-CONAMET 2018



Asociación
 Argentina de
 Materiales



- XII Congreso Internacional de Cómputo en Optimización y Software, Morelos México, 3-5 Octubre 2018 *presentación de póster, adicionalmente se obtuvo un artículo aceptado para su publicación en la revista: Programación matemática y software ISSN (e): 2007-3283 en el volumen 12, número 2.*

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS

LA SECRETARÍA ACADÉMICA, LA SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN, EL CIGCAP, A TRAVÉS DE LOS CUERPOS ACADÉMICOS "UAEI-OPTIMIZACIÓN SOFTWARE", "UPEMOR-TECNOLOGÍAS WEB", Y "UTEE-REDES CONVERGENTES SEGURAS"

otorga el presente

RECONOCIMIENTO

Alfonso Monzamedeth Román Sedano

Por su participación con el Póster:
Use of artificial neural network to predict the composition-dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels

CONGRESO INTERNACIONAL DE CÓMPUTO Y SOFTWARE

En el 12º Congreso Internacional de Cómputo en Optimización y Software - CICOS 2018
Cuernavaca, Mor. del 3 al 5 de octubre, 2018

Por una humanidad culta

Dr. Federico Alonso Pacina
Presidente del Congreso

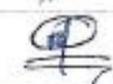
Dr. Marco Antonio Cruz Chávez
Presidente del Comité Técnico

Cuernavaca, Morelos, a 21 de enero de 2019.

DR. ROSENBERG JAVIER ROMERO DOMÍNGUEZ
COORDINADOR DEL POSGRADO EN
INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
P R E S E N T E

Atendiendo a la solicitud para emitir DICTAMEN sobre la revisión de la TESIS titulada ESTUDIO DE ACERO INOXIDABLE 316L DE USO QUIRÚRGICO que presenta el alumno **ALFONSO MONZAMODETH ROMÁN SEDANO**, para obtener el título de **MAESTRÍA EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**.

Nos permitimos informarle que nuestro voto es:

NOMBRE	DICTAMEN	FIRMA
DR. SERGIO ALONSO SERNA BARQUERA	Aprobatorio	
DRA. MARISOL GÜIZADO RODRÍGUEZ	Aprobatorio	
DR. HORACIO MARTÍNEZ VALENCIA	Aprobatorio	
DR. OSVALDO FLORES CEDILLO	Aprobatorio	
DR. ARTURO MOLINA OCAMPO	Aprobatorio	

PLAZO PARA LA REVISIÓN 20 DÍAS HÁBILES (A PARTIR DE LA FECHA DE RECEPCIÓN DEL DOCUMENTO)

NOTA. POR CUESTION DE REGLAMENTACIÓN LE SOLICITAMOS NO EXCEDER EL PLAZO SEÑALADO, DE LO CONTRARIO LE AGRADECEMOS SU ATENCIÓN Y NUESTRA INVITACIÓN SERÁ CANCELADA.