



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Tlalnepantla

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TLALNEPANTLA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

**“CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE RECUBRIMIENTOS TIN CON APLICACIÓN
BIOMÉDICA EN PRÓTESIS DE CODO”**

TESIS

PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

PRESENTA:

ING. CABRERA ROSAS YAZMIN

DIRECTOR DE TESIS: DRA. LIZBETH MELO MÁXIMO

CODIRECTOR DE TESIS: DRA. DULCE VIRIDIANA MELO MÁXIMO

TUTOR: DR. OSCAR ARMANDO GÓMEZ VARGAS

TLALNEPANTLA DE BAZ, ESTADO DE MÉXICO, A 1 DE FEBRERO DE 2023



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE
TLALNEPANTLA

0.2 Carta de Aceptación de documento de Tesis Escaneada

0.3 Carta de Aceptación de documento de Tesis Escaneada

0.4 Agradecimientos

0.5 Resumen

En el presente trabajo se presenta el estudio de películas delgadas de Nitruro de Titanio (TiN) depositadas sobre sustratos de acero inoxidable AISI 316L mediante deposición física en fase vapor a través de la técnica Magnetron Sputtering con corriente directa (D.C), calentándolo a una temperatura a 200° por un tiempo constante de 30 min. Identificando las propiedades mecánicas para ser utilizadas en aplicaciones biomédicas, la caracterización microestructural fue realizada mediante Microscopio Óptico (OM) y Microscopia Electrónica de Barrido (MEB). Las pruebas de adhesión se realizaron bajo la norma VDI 3198. Las pruebas de desgaste tribológico se realizaron utilizando un pin de acero cromado de 6 mm (AISI 52100) en los sustratos recubiertos y sin recubrir para estudiar y comparar el efecto de deslizamiento continuando la misma geometría circunferencial, con una longitud de carrera de 200 m y una carga de 5N en vía húmeda y en vía seca utilizando agua mili-Q para simular los fluidos biológicos con el fin de probar el desempeño y durabilidad del implante.

0.6 Abstract

The present work aims to study TiN films deposited on AISI 316L stainless steel substrates by physical vapor deposition through the Magnetron Sputtering technique with CD, heating it at a temperature of 200° and a constant time of 30 min. Identifying the mechanical properties to be used in biomedical applications, the microstructural characterization was performed by Optical Microscopy (OM) and Scanning Electron Microscopy (SEM). Adhesion tests were performed under the VDI 3198 standard. Tribological wear tests were performed using a 6 mm chromium plated steel pin (AISI 52100) on coated and uncoated substrates to study and compare the sliding effect continuing the same circumferential geometry, with a stroke length of 200 m and a load of 5N in wet and dry way using milli-Q water to simulate biological fluids in order to test the performance and durability of the implant.

0.7 Lista de Figuras

Figura 1. Anatomía del codo a nivel óseo.	15
Figura 2. Esquema tipos de fractura en el humero distal. [6]	16
Figura 3. Artroplastia. [8]	17
Figura 4. Prótesis Coonrad-Morrey [11]	18
Figura 5. Etapas de desarrollo de Biofilm. [13]	19
Figura 6. Infecciones de prótesis articular. [13]	19
Figura 7. Algunas propiedades estudiadas en la ingeniería de superficies. [18]	20
Figura 8 Componentes de una prótesis de cadera y osteosíntesis.	22
Figura 9. Esquema Biomateriales. [24].....	23
Figura 10 Codo. Imagen obtenida de la página de la Academia Estadounidense de Cirujanos Ortopédicos.....	24
Figura 11. Esquema de las características de los biomateriales utilizados en Traumatología y Cirugía ortopédica. [28].....	25
Figura 12. Tipos de corrosión. [40].....	30
Figura 13. Técnicas de deposición.....	31
Figura 14 Deposición por arco.	33
Figura 15. Deposición Sputter.	34
Figura 16. Configuración de magnetrones planos. [45]	35
Figura 17 Algunas configuraciones de pulverización catódica. [45]	36
Figura 18. Vacío	36
Figura 19 Proceso de deposición. [54]	37
Figura 20 Tipos de crecimiento de películas delgadas. [55]	38
Figura 21 Modelo Thornton, zonas estructurales.	39
Figura 22 Esquema Microscopía Óptica.	40
Figura 23 Microscopio Electrónico de Barrido.	41
Figura 24. Norma VDI 3198. [58].....	42
Figura 25. Dispositivo de prueba pin-on-disk.....	43
Figura 26. Etapas Cronológicas de un contacto.	44
Figura 27. Arquitectura de los recubrimientos por película delgada.....	47
Figura 28 Preparación de las muestras. De lado superior derecho muestras en desbaste y del lado inferior derecho después de ser pulidas.	48
Figura 29 Componentes del reactor PVD.	48
Figura 30 Componentes del reactor PVD. Controles	49
Figura 31 Muestra sobre magnetrón.	51
Figura 32 Muestra recubierta	51
Figura 33 Sustratos de acero inoxidable 316L después de ser depositados con Ti/TiN por PVD.	52
Figura 34 Microscopio Óptico	53
Figura 35 Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)	53
Figura 36 Norma VDI 3198	54
Figura 37 Durómetro para ensayos tipo Rockwell marca Louis Small.	54
Figura 38 Tribómetro. Prueba pin-on-disk.....	55

Figura 39 a) Morfología de la superficie del sustrato. b) Análisis de dispersión de energía de los elementos en el sustrato de acero inoxidable 316L.	56
Figura 40 Mapeo Elemental de la superficie del acero inoxidable 316L.....	56
Figura 41 a) Morfología de la superficie de la muestra recubierta con Ti/TiN. b) Análisis de dispersión de energía	57
Figura 42 Mapeo elemental del sustrato recubierto con Ti/TiN.....	57
Figura 43 Espesor del recubrimiento de Nitruro de Titanio.	58
Figura 44 Huella de indentacion sobre recubrimiento de TiN en muestra 1. a) En Óptico, b) en MEB, c) Espesor.....	58
Figura 45 Huella de indentacion en muestra 3. a) en Microscopio Óptico, b) MEB, c) Espesor.....	59
Figura 46 Huella tribológica de acero 316L en vía seca	60
Figura 47 Balin de acero cromado sobre acero 316L en vía seca.	61
Figura 48 Huella tribológica de acero con Ti/TiN en vía seca.	62
Figura 49 Balin de acero cromado sobre acero 316L con Ti/TiN en vía seca.....	62
Figura 50 Huella tribológica en acero inoxidable 316L en vía húmeda.	64
Figura 51 Balin de acero cromado sometido a pin-on-disk en vía húmeda sin recubrir.	64
Figura 52 Huella tribológica en acero 316L con TiN.....	66
Figura 53 Par tribológico sobre acero 316L con TiN en vía húmeda.....	66
Figura 54 Comparación del par tribológico en vía húmeda después del rodaje.....	66

0.8 Lista de Tablas

Tabla 1. Modulo Elástico Biometales	27
Tabla 2 Propiedades de Nitruro de Titanio.	28
Tabla 3 Etapas del proceso de deposición.	50
Tabla 4 Parámetros de deposición.	52
Tabla 5 Parámetros de prueba de desgaste para acero 316L en vía seca.	59
Tabla 6 Parámetros de la prueba de desgaste en acero 316L con Ti/TiN en vía seca	61
Tabla 7 Parámetros de prueba tribológica en acero 316L en vía húmeda	63
Tabla 8 Parámetros de prueba de desgaste para acero 316L con Ti/TiN.	65

0.9 Lista de Gráficos

Gráfico 1 Curva de contacto de rodaje de acero 316L en vía seca.	60
Gráfico 2 Curva de comportamiento del COF sobre Ti/TiN en vía seca.	61
Gráfico 3 Curva de contacto de rodaje acero 316L en vía húmeda.	63
Gráfico 4 Curva de contacto de rodaje acero 316L con TiN en vía húmeda.	65
Gráfico 5 Curva comparativa de 316L y 316L con TiN en vía seca.	67
Gráfico 6 Curva comparativa de 316L y 316L con TiN en vía húmeda.	68

Índice

1. Introducción	12
1.1 Motivación	13
1.2 Justificación	13
2. Marco Teórico	15
2.1 Biomecánica Funcional del codo	15
2.1.1 Lesión del codo	16
2.1.2 Artroplastia	17
2.1.3 Prótesis de codo	18
2.1.4 Limitantes en prótesis articular del codo	18
2.2 Ingeniería de Superficies	20
2.3 Aplicaciones Biomédicas	21
2.4 Biomateriales	21
2.4.1 Tipos de biomateriales	23
2.4.2 316L	26
2.4.3 Ti6Al4V	26
2.5 Biocompatibilidad	27
2.6 Películas Delgadas	27
2.6.1 Nitruro de Titanio	28
2.7 Corrosión	28
2.7.1 Tribocorrosión	29
2.8 Osteointegración	30
2.9 Técnicas de Deposición	31
2.9.1 Deposición Física de Vapor	32
2.9.2 Deposición al Vacío	32
2.9.3 Deposición por Arco	33
2.9.4 Deposición por pulverización.	34
2.9.5 Elementos del reactor Sputtering	35
2.9.6 Parámetros del proceso de PVD	37
2.10 Modelo Thornton	39
2.11 Caracterización	39
2.11.1 Microscopía Óptica	40

2.11.2	Microscopia Electrónica de Barrido (MEB o SEM)	40
2.11.3	Propiedades Mecánicas. Norma VDI 3198	41
2.11.4	Caracterización Tribológica	42
2.11.5	Lubricación	44
3.	Estado del Arte	45
4.	Desarrollo Experimental	47
4.1	Metodología	47
4.2	Recubrimiento	47
4.3	Preparación de Muestras	48
4.4	Reactor PVD	48
4.5	Depósito de la película delgada	49
4.6	Caracterización Estructural	52
4.7	Caracterización Mecánica	53
4.8	Caracterización Tribológica	54
5.	Análisis de resultados	55
5.1	Morfología y Composición química	55
5.2	Prueba de adhesión	58
5.3	Pruebas Tribológicas	59
5.3.1	Prueba Tribológica en vía seca	59
5.3.2	Prueba tribológica en condiciones de humedad	62
5.4	Coefficiente de fricción	67
6.	Conclusiones	68
7.	Trabajo Futuro	69
8.	Referencias	70
9.	Anexos	74

1. Introducción

La ingeniería de superficies ha permitido a lo largo de los años de su indagación, estudio y análisis crear procesos mediante técnicas distintas, que brinden a la aleación de materiales mejores propiedades para diferentes aplicaciones en la vida del ser humano, como parte de estos procesos esta la fabricación de recubrimientos, capaces de mantener las propiedades mecánicas de los materiales en el contacto con otra superficie, es decir, mantener el volumen del material cubierto sin perder sus cualidades, lo que conocemos como resistencia al desgaste. Desde vías ferroviarias hasta implantes médicos, se han generado distintas variantes en componentes de películas delgadas, siendo el titanio, cromo y el acero los protagonistas como sustratos biocompatibles.[1] De esta manera, disciplinas como traumatología y ortopedia se han visto beneficiadas con este avance al darle una segunda oportunidad de vida plena e independiente a aquellos que se han visto afectados por un problema congénito o bien una lesión por accidente en articulaciones de hombro, codo, muñeca, cadera o rodilla.

Dentro del tronco superior, el codo es una articulación fundamental para el funcionamiento de las extremidades superiores, ya que movimientos como la flexo-extensión y la rotación logran llevar la mano a la cabeza, a la espalda y el resto del cuerpo, al mismo tiempo que se define como la articulación de transmisión de carga. Circunstancias como una fractura de humero distal, donde alteran la arquitectura, aumenta la rigidez o la inestabilidad y permite el dolor, sólo producen limitaciones para las actividades diarias. [2]

Al estudiar y comprender la biomecánica del codo [3] ha permitido que los investigadores desarrollen reemplazos articulares, y a la ingeniería de superficies a través de deposición física de vapor (PVD) por medio de la técnica Magnetron Sputtering, generar películas delgadas capaces de recubrir dichas prótesis y mejorar su desempeño y vida útil; dicha técnica consta de transportar electrones ionizados hacia el sustrato para recubrirlo y así generar la película delgada con las mejores variables para mantener óptimas propiedades mecánicas, las cuales son estudiadas y analizadas por medio de una caracterización microestructural, mecánica y tribológica para garantizar que el paciente evite reingresar al hospital.

1.1 Motivación

En el área de traumatología en medicina, existen reemplazos de partes específicas del cuerpo humano, como son las prótesis en el sistema óseo, sin embargo, estas tienden a sufrir desgaste, lo que ocasionalmente conlleva a sustituirla. La ingeniería de superficies busca a través de la investigación extender la vida útil de estos componentes utilizando recubrimientos, tratados a través de caracterización mecánica y tribológica, con el fin de conocer las propiedades mecánicas, en fricción, desgaste y adherencia.

Por ello se busca encontrar las mejores propiedades mecánicas de acuerdo con las técnicas ya mencionadas, del recubrimiento de Nitruro de Titanio, adherido a una prótesis de acero inoxidable 316L para codo, considerando la investigación en el recubrimiento de la superficie, y no en el ensamble de los componentes para la misma.

Objetivo General.

Realizar la caracterización estructural y mecánica del recubrimiento de Nitruro de Titanio para prótesis total de codo de acero inoxidable 316L.

Objetivos Específicos

1. Identificar los parámetros, factores y niveles de los procesos a investigar.
2. Realizar la deposición en el método PVD, mediante la técnica Reactive Magnetron Sputtering sobre sustrato de acero inoxidable 316L.
3. Caracterizar estructural y mecánicamente el recubrimiento PVD por las técnicas de Microscopía Óptica, MEB + EDS y Tribología en la técnica Pin-on-disk.

1.2 Justificación

Teniendo en cuenta lo analizado en la literatura se observa que existe una escasez de información referente a la aplicación de recubrimientos en prótesis total diseñada para codo, debido a que para varios especialistas en el área no es considerada una opción para el tratamiento de las fracturas conocidas de húmero distal, porque creen que el resultado no es predecible, debido a la inserción en las cavidades óseas, y al cambio de características dentro del tejido humano.

Dentro de la industria, el acero inoxidable 316L es una aleación presente en diversos giros manufactureros gracias a su durabilidad, resistencia a la corrosión, la oxidación en altas temperaturas y para interés nuestro su eficiencia en la esterilidad para ser utilizada en el sector médico como equipo quirúrgico y prótesis. Sus propiedades químicas y mecánicas se deben a la composición que incluye cromo, níquel y molibdeno, sin embargo, debido a la porción de Ni este material presenta la desventaja de causar reacciones alérgicas, además de carecer de bioactividad, lo que puede resultar en una limitación para su uso como elemento protésico o bien que tenga una vida útil amplia. A pesar de esta desventaja se decidió utilizar pues es una de las aleaciones económicamente más accesibles, y con base a la ingeniería de superficies se ha

estudiado que el desarrollo de películas delgadas da la capacidad de generar una protección para estabilizar la biocompatibilidad basadas en nitruros, mejorando así las resistencia al desgaste, a la corrosión, proporcionando estabilidad química y aumentando la vida útil de los materiales hasta un 400%.

Por lo tanto, se ha podido encontrar que existen resultados sobre distintos procesos y técnicas de deposición de plasma para recubrimientos, específicamente Nitruro de Titanio, así como caracterización de este, en aplicaciones biomédicas, como es el caso de la prótesis de cadera, rodilla, o codo dándonos pauta a que se puede experimentar y dar otra opción a los médicos en el tratamiento de estas fracturas para sus pacientes. Así mismo, entender que esta investigación pretende dar viabilidad al tiempo de vida de las prótesis ya desarrolladas, con el propósito de que los pacientes no se enfrenten a otro proceso para reemplazar y así su beneficio sea prolongado o de por vida incluso.

2. Marco Teórico

2.1 Biomecánica Funcional del codo

El codo está formado por un complejo articular que contiene 3 articulaciones distintas.

1. Cubito-Humeral (del tipo bisagra). Permite la flexo-extensión.
2. Radio-Humeral (del tipo condílea). Permite rotación axial o pivotación y flexo-extensión.
3. Radio-Cubital Proximal (del tipo tricoide). Donde la cabeza del radio radica en la fosa radial del cúbito y es rodeada por el ligamento anular permitiendo la pronosupinación, gracias a que las superficies articulares del humero distal no se encuentran en línea con la diáfisis

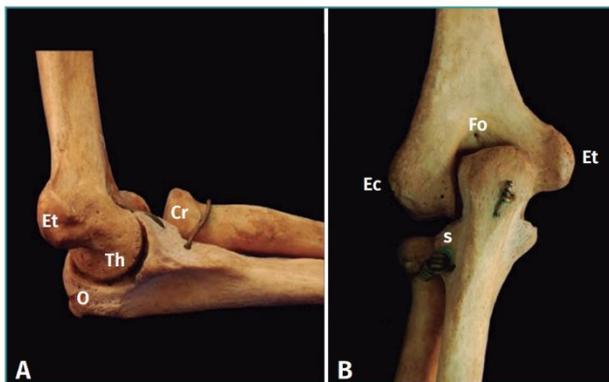


Figura 1. Anatomía del codo a nivel óseo.

(A) Codo en flexión perspectiva lateral y (B) Codo en extensión en perspectiva posterior. Se aprecian fosa olecraniana (Fo), el olécranon (O), el epicóndilo (Ec) y la epitroclea (Et), la tróclea humeral (Th), la cabeza radial (Cr) y la cavidad sigmoidea menor (s) del cúbito. [4]

del humero.

Se necesita conservar al menos 30% del olécranon y un 50% de la apófisis coronoides para mantener la estabilidad del codo, en las estructuras óseas humero-distal ya que son estabilizadores primarios estáticos en esta parte de cuerpo. Con el codo en extensión la articulación aporta aproximadamente 55% de su estabilidad en varo y 30% en valgo; mientras que en movimiento maneja una rotación de 90° en flexión, teniendo un 75% de la estabilidad en varo y 35% en valgo. [4]

Requisitos morfoanatomicos previos. A nivel Morfológico.

El hueso es subcutáneo en tres niveles con la presencia de paquetes vasculonerviosos en zonas protegidas. El codo carece de sector extensión. Posee una ligera desviación hacia fuera en el plano frontal en posición de rectitud: el valgo del codo. Este se debe a:

La oblicuidad del eje articular: que provoca un valgo en extensión con tendencia a llevar el antebrazo hacia dentro durante la flexión.

La angulación episodiafisaria del cúbito: provoca un valgo en rectitud con tendencia a llevar el antebrazo hacia fuera durante la flexión. Este fenómeno y el anterior se asocian cuando el codo

esta extendido y se neutralizan, en flexión lo que explica que el valgo fisiológico solo exista en posición recta.

La garganta de la tróclea: tiene una inclinación variable, poco marcada en el ser humano. Su papel es secundario y explica las variaciones en la posición del antebrazo, ligeramente hacia fuera o adentro según cada persona durante la flexión.[5]

En la figura 2 se describe un esquema que indica la técnica de intervención de acuerdo con la fractura presente, mostrando que en el tipo de fractura intraarticular la probabilidad de utilizar una prótesis total de codo es alta.

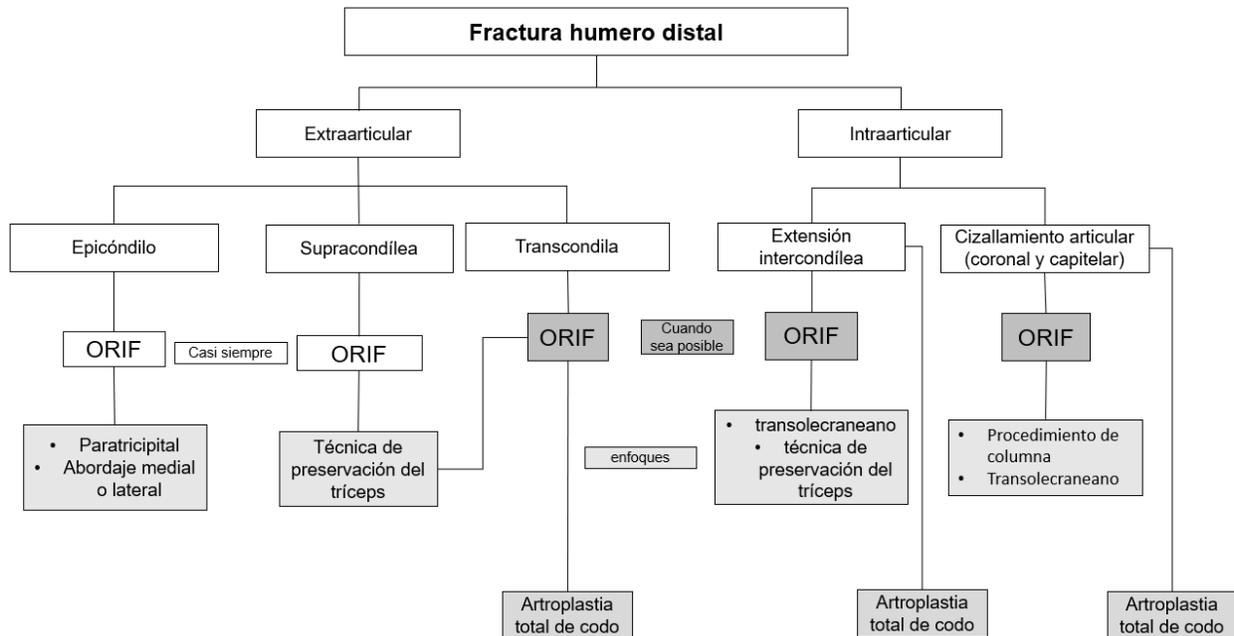


Figura 2. Esquema tipos de fractura en el humero distal. [6]

2.1.1 Lesión del codo

El 1% de todas las fracturas pertenece a las fracturas del húmero distal, e involucran limitaciones tanto del hueso como del tejido blando. Los pacientes concurrentes en estas afecciones son entre niños y personas de la 3era edad, mayores de 60 años.

Las fracturas del extremo distal del húmero representan el 30% de las fracturas del codo, y hasta en 96% éstas son fracturas intraarticulares o tipo «C» de acuerdo con la clasificación de la AO (La Asociación para el estudio de la Osteosíntesis).[6] Las dos columnas del húmero, las articulaciones radio-capitelar y la cúbito-humeral, son parte de la complejidad de la anatomía en esta región, y por ende dificultan la reducción. [7]

Específicamente en México en el año 2006 se registraron 270 millones de accidentes laborales de los cuales 30635 fueron a causa de la actividad laboral y en los cuales se vio afectado un miembro torácico, esto representó el 8.9% de todos los accidentes en función del trabajo. [8]

El área de traumatología se encarga de brindar tratamiento a lesiones provocadas por daños físicos, como lo pueden ser las fracturas, luxaciones, etc. Así como otro tipo de lesiones del resto del esqueleto. La especialidad médica Ortopedia forma parte del equipo de investigación al respecto con la desventaja que no se involucra como traumatología en lesiones del sistema locomotor como lo hace traumatología. [5]

2.1.2 Artroplastia

Dentro del tronco superior, el codo es una articulación fundamental para el funcionamiento de las extremidades superiores, ya que movimientos como la flexo-extensión y la rotación logran llevar la mano a la cabeza, así como a la espalda y el resto del cuerpo, al mismo tiempo que se define como la articulación de transmisión de carga. Circunstancias como una fractura de humero distal, donde alteran la arquitectura, promueve el dolor, aumenta la rigidez o la inestabilidad, sólo producen limitaciones para las actividades diarias. Como se ha estudiado, conocer y entender la biomecánica del codo ha permitido a los investigadores el desarrollo de reemplazos articulares, buscando así superar los problemas de diseño y consiguiendo resultados favorables. [9] Dentro de las cirugías ortopédicas esta la artroplastia que es un proceso quirúrgico cuya función es sustituir una articulación biológica desgastada o degenerada por una prótesis articular. Con el objetivo de mejorar la calidad de vida de los pacientes, proporcionando restauración articular para darles así independencia en su día a día, con un grado alto de efectividad. En datos estadísticos (por España) se habla que menos del 10% de las personas que son beneficiados de una prótesis articular llega a desarrollar algún tipo de complicación relacionada con el implante en su vida. [10]

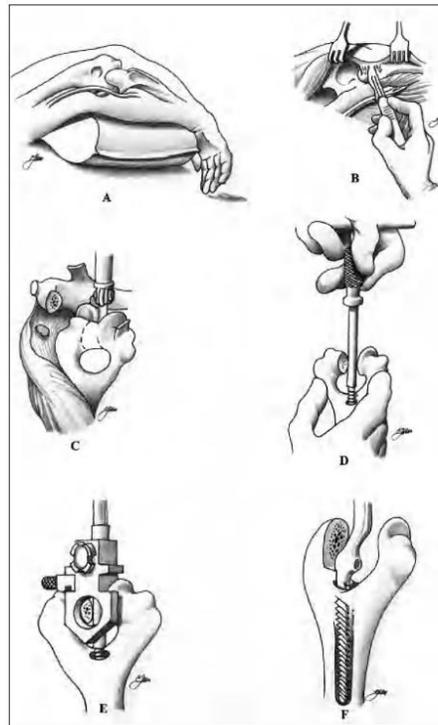


Figura 3. Artroplastia. [8]

Existe entre el 8 y 10% de incidencia en el aflojamiento aséptico dentro de las prótesis de diferentes articulaciones. La patogénesis de esto incluye una respuesta inflamatoria persistente como consecuencia de las micropartículas del implante entre este y el hueso manifestándose a través del reclutamiento de una amplia gama de tipos de células que incluyen principalmente osteoclastos. Al tener una actividad osteoclástica y osteólisis fuerte trae como resultado la disfuncionalidad de la prótesis y por ende su aflojamiento mecánico ya que se procrea una secreción de citoquinas osteoclastogénicas e inflamatoria. [11]

2.1.3 Prótesis de codo

Lars Peter Müller et al. Escribió que el recorrido articular de las prótesis totales de codo se sitúa entre 30°-130° de flexión-extensión y 60°/60° de pronación/supinación. Describe que la prótesis cementada semi constreñida de Coonrad-Morrey proporciona estabilidad incluso en ausencia de los cóndilos. La fijación extramedular mediante una pestaña anterior resiste las cargas torsionales y el desplazamiento posterior. Dicha prótesis podemos observarla en la figura 4.[12]

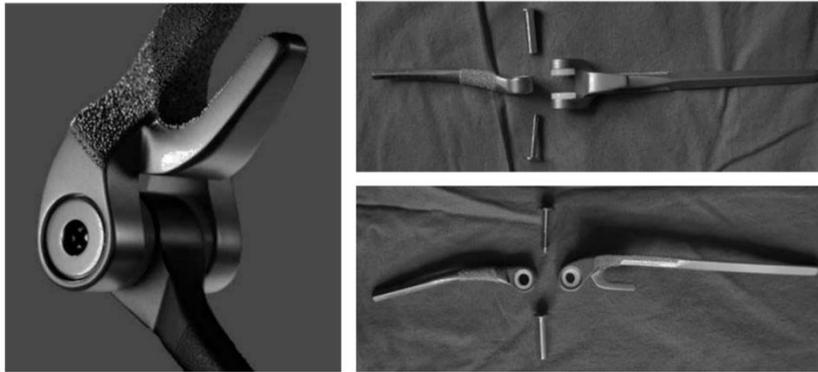


Figura 4. Prótesis Coonrad-Morrey [11]

2.1.4 Limitantes en prótesis articular del codo

Se considera a la infección de prótesis articular de codo como la segunda causa más frecuente en complicaciones relacionadas a prótesis óseas, de acuerdo con información arrojada en España, esto debido a la alta morbilidad, dando como consecuencia un costo alto en el servicio de salud pública, así mismo a los pacientes y sus familias. En relación con estas infecciones existen factores de riesgo como pueden ser el tabaquismo, obesidad, enfermedad renal crónica, infecciones urinarias, artritis, malnutrición, diabetes, etc. [13]

En la figura 5 se puede observar el proceso de crecimiento de un Biofilm, que en pocas palabras es el cultivo en un punto específico de bacterias entre la prótesis y el tejido biológico del paciente.

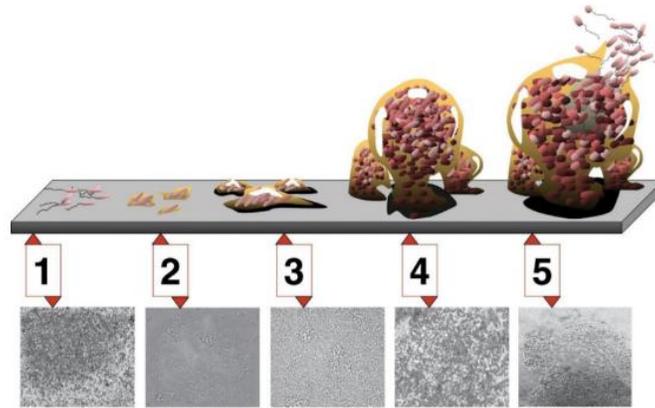


Figura 5. Etapas de desarrollo de Biofilm. [13]

Dentro de las IPA (Infecciones de Prótesis Articular) se han descubierto similitudes en las características que comparten estos microorganismos, dentro de ellas está la formación de Biofilm. Se le conoce como Biofilm al agregado o acumulación naturalmente de microorganismos en forma de polimicrobiana sobre diferentes superficies, entre ellas los biomateriales, donde se forman comunidades sedentarias. [14]

Las infecciones crónicas que están directamente relacionadas tienen un 80% de probabilidad de proliferar un Biofilm dentro de la capacidad del microorganismo. Por lo que la interacción entre el implante, la biología del paciente y los microorganismos influye fuertemente en la patogénesis de las distintas infecciones asociadas a materiales biocompatibles. [15]

De acuerdo con el origen de las infecciones en prótesis articulares hay un sinnúmero de posibilidades a la relación entre una prótesis y el sistema en el ser humano, esto gracias a que entre el implante y el tejido humano existen áreas de osteointegración y encapsulación fibrosa, esto dependiendo de la naturaleza del implante colocado, su composición química, resistencia a la corrosión y su biocompatibilidad.

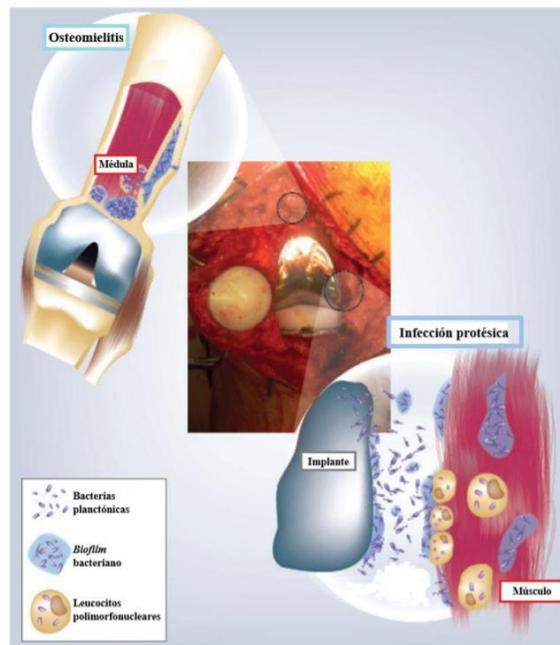


Figura 6. Infecciones de prótesis articular. [13]

Se da con frecuencia que exista baja resistencia en el espacio conformado entre el biomaterial y el tejido que lo rodea conocido como medio intersticial, ya que se caracteriza por ser una zona fibro-inflamatoria inmunodeprimida. Debido a la ausencia de inyección de sangre en la superficie de la prótesis esta zona se convierte inaccesible para cualquier tratamiento de antibiótico, porque los medicamentos, linfocitos o anticuerpos no son capaces de llegar, negando la posibilidad de tener un alcance correcto ante el combate de alguna infección por medio de una vía sistémica.[16] Por esto, es importante hacer mención que, a pesar del trabajo realizado en la selección correcta de biomateriales y el resto de los componentes, a lo largo de la vida útil de la prótesis articular existirá la posibilidad de infectarse. Cabe mencionar que, gracias al nivel de inmunidad celular innato, los neutrófilos se asociaran rápidamente con el tejido de la prótesis implantada.

Cuando los neutrófilos [17] entran en contacto con el implante estos se activan y así es como pierden su capacidad de activación respondiendo a los estímulos normales de la actividad de otros polimorfonucleares, mediante la liberación de péptidos neutrofílicos humanos. Bajo condiciones determinadas estos péptidos pueden crear un ambiente hostil para el sistema inmunológico del paciente en cuestión.

Existe un conjunto de parámetros sumado a distintos estudios de laboratorio que apoyan para la determinación del diagnóstico de las IPA, partiendo del líquido sinovial y la sangre en la periferia, así como datos microbiológicos, evaluaciones histológicas del tejido protésico adyacente, los cuales en su combinación otorgan una respuesta inmediata y oportuna para determinar la raíz de cualquier infección en prótesis.[18] La prioridad en el diagnóstico de este tipo de infección es saber si existe una infección, el microorganismo causante y su sensibilidad antimicrobiana.

2.2 Ingeniería de Superficies

La ingeniería de superficies implica cambiar las propiedades de la parte visible de un sustrato y la región cercana de una manera deseable, puede implicar procesos de superposición o de modificación. En los procesos de superposición, se agrega un material a la superficie y el material subyacente (sustrato) se cubre y no es detectable a la intemperie. Un proceso de modificación cambia sus propiedades, pero el material del sustrato todavía está presente. [19]

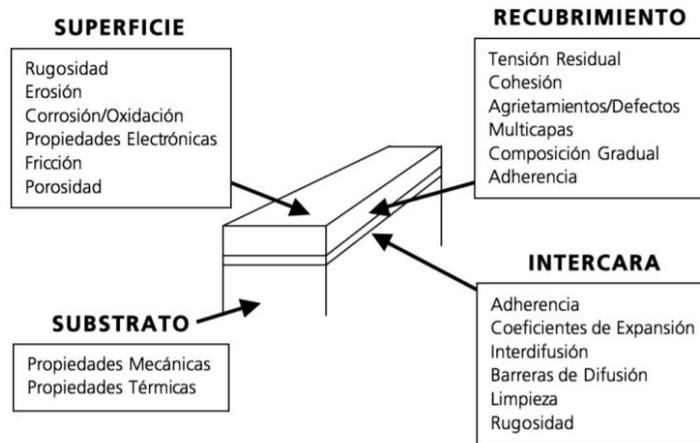


Figura 7. Algunas propiedades estudiadas en la ingeniería de superficies. [18]

Hoy en día, el criterio económico es el principal que se analiza en el momento de decidir la aplicación o no de un tratamiento superficial, esto gracias a que, el remplazo de un componente tiene un costo más elevado que la aplicación de un tratamiento. Otros parámetros de evaluación al respecto son los siguientes:

- el costo añadido
- el incremento de la vida útil del componente
- la frecuencia para cambiar componentes.
- el incremento en la calidad del producto final.

El proceso de deposición o tratamiento debe permitir recubrir todo el componente en su tamaño y geometría, sabiendo que habrá ocasiones en donde se recurra al rediseño o cambio de las especificaciones del componente, para lograr la aplicación del recubrimiento, esto se tomaría como un costo añadido siempre y cuando no se comprometa las propiedades del sustrato. Otro ejemplo de estas características es el aporte de material o recubrimiento, ya que, en su selección y diseño para la aplicación deseada, hay que tomar en cuenta las propiedades de cada uno de los elementos que constituyen un sistema sustrato-recubrimiento como se muestra en la figura 7. Siempre ponderando de acuerdo con la aplicación pensada. Algunas de estas propiedades también se emplean como parámetros de control de calidad.

2.3 Aplicaciones Biomédicas.

Es importante mencionar que una articulación sana en el ser humano tiene una vida útil de 75 años con más de 1 millón de ciclos de carga por año. La mecánica funcional del cuerpo humano está directamente relacionada con los sistemas tribológicos pues se requiere de propiedades tribológicas para maniobrar los distintos puntos de movimiento, así como economizar un gasto energético y disminuir el desgaste. [20]

Existe una gran gama de materiales sintéticos y de tejidos naturales implicados en sistemas tribológicos, que operan en combinaciones complejas con el entorno biológico. Requisitos como el rendimiento y la vida útil suele superar considerablemente los sistemas de ingeniería que buscan brindar total independencia en las actividades comunes.[21]

2.4 Biomateriales

Los biomateriales son aquellos cuyas propiedades químicas y mecánicas les permiten tener interacción con sistemas biológicos y lograr tratar, aumentar, reemplazar o evaluar algún tejido, órgano o función del cuerpo humano. Si bien los metales puros cumplen con estar características a lo largo de las investigaciones que se han desarrollado, se ha comprobado que las aleaciones poseen mejores propiedades de biocompatibilidad, así como resistencia al desgaste, estas pueden ser fabricadas entre materiales naturales así como artificiales, hablando específicamente de ortopedia, los principales implantes desarrollados reemplazan tejido óseo, por ende el módulo de Young es una de las principales propiedades que se busca a semejar ya que esta provee del beneficio de una vida útil prolongada. [22]

La mayoría de los materiales implementados carece de bioactividad ya que son naturalmente inorgánicos, tampoco son biodegradables (si bien esta característica es a favor de los objetivos que se busca cumplir con los implantes protésicos) la mayoría de las aleaciones utilizadas constituyen entre el 70 y 80% de dispositivos médicos implementados en áreas de la medicina como implantología, ortopedia y traumatología, esto debido a su facilidad para ser procesados, obtener un acabado ideal, así como una esterilidad adecuada para los procesos convencionales en cirugía y aceptación. (Ver figura 8) Para que un material metálico sea considerado como una posibilidad en la fabricación de implantes protésicos debe tener ciertas características como lo son:

- **Biocompatibilidad.** El biomaterial metálico ideal para su uso en la fabricación de prótesis debe presentar una respuesta favorable en el medio biológico en el que se esté inmerso, es decir, que no presente toxicidad en la forma de reacciones alérgicas, inflamatorias o desarrollo de tumores cancerígenos.
- **Estructura química.** Los elementos no pueden provocar reacciones adversas en el contacto con el tejido biológico, así como resistencia a la corrosión estando inmerso en fluidos fisiológicos.
- **Propiedades mecánicas.** Propiedades que brinden la capacidad de evitar una deformación plástica en el implante, como lo son el módulo de Young, el cual debe ser semejante al del hueso para mantener su resistencia y prolongar la vida útil de la prótesis; resistencia a la fatiga, compresión, así como propiedades tribológicas, como lo es el desgaste y la fricción.

Aunque es cierto que la búsqueda de las mejores propiedades en los materiales biocompatibles es un factor esencial para su buen desarrollo y aplicación, su éxito total radica en la aceptación y reacción del cuerpo humano que hospede dicho implante. [23] En esta variante existen dos fenómenos que influyen en la aceptación entre el biomaterial y el tejido biológico.

- La reacción de la persona que reciba la prótesis articular
- El desgaste o degradación dentro de los fluidos fisiológicos presentes en el ser humano.

El segundo fenómeno se puede presentar de tres maneras distintas; a través de la disolución, la corrosión y desgaste. Las partículas generadas por el desgaste actúan como haptenos de pequeño peso molecular donde en contacto con proteínas o células forman complejos organometálicos que dan como resultado alérgenos, desencadenando la hipersensibilidad a los biomateriales metálicos.[24] El níquel, cobalto, cromo, molibdeno, titanio, vanadio y aluminio son considerados los principales metales alérgicos y su desventaja radica en el desarrollo de toxicidad celular local y sistémica, es decir, cáncer o alergia a la prótesis articular.



Figura 8 Componentes de una prótesis de cadera y osteosíntesis.

2.4.1 Tipos de biomateriales

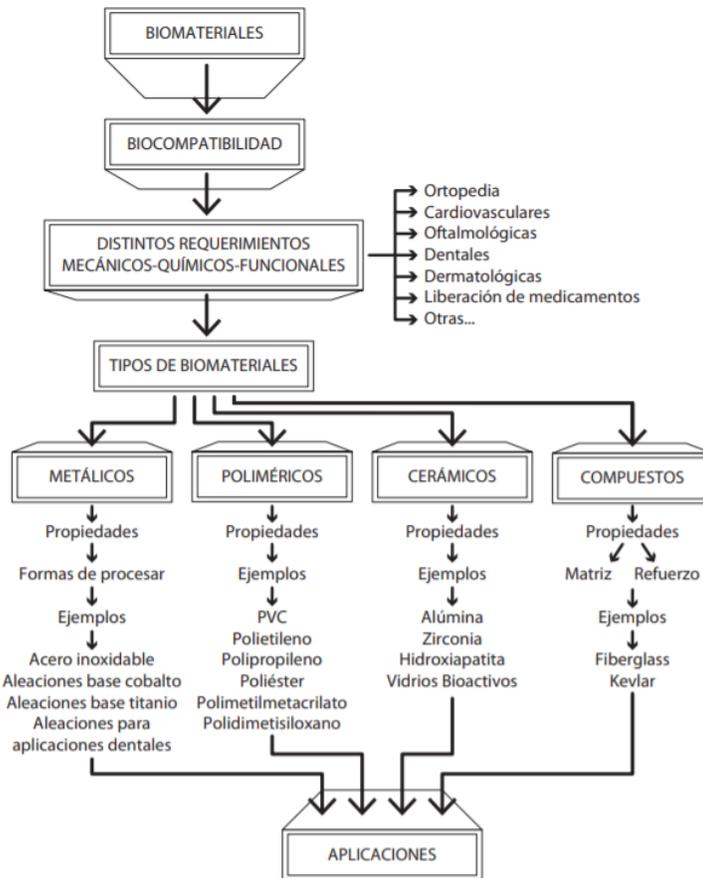


Figura 9. Esquema Biomateriales. [24]

Como podemos ver en la figura 9 existen 4 clases de materiales utilizados en un entorno biológico; los cuales son: metálicos, cerámicos, polímeros y compuestos. Los materiales metálicos como los aceros inoxidables austeníticos, aleaciones de cobalto-cromo y de titanio son las más utilizadas como biomateriales, y en estudio se encuentran las aleaciones de magnesio-zinc-calcio, ya que pueden tener un uso potencial en la fabricación de implantes reabsorbibles de fijación interna.[25] Es importante recalcar que el módulo de Young es un parámetro referente que nos habla del comportamiento plástico- elástico de un material, según su aplicación, cabe mencionar que en la actualidad todos los biomateriales arrebasan el módulo de Young del hueso, dando como resultado una atrofia ósea, debido al estrés mecánico causado entre el implante y el tejido biológico, llevando a una falla total, pues se provoca una reabsorción ósea, aflojamiento aséptico, así como fractura del hueso adyacente. En el caso de los materiales cerámicos, su utilidad se potencializa en su capacidad por promover la sanación de los tejidos o bien su regeneración para la restauración funcional fisiológica.[26] Mientras que los materiales poliméricos cuando son de origen natural, su utilidad es superior gracias a la similitud con la matriz extracelular entre otros polímeros del cuerpo humano. Finalmente mencionar a los materiales compuestos, es hablar de 3 criterios que se deben

de cumplir antes de llamarlos así, estos son; la igualdad de proporción en cuanto a los integrantes, la diferencia de propiedades y la conducción a nuevas propiedades superiores a las innatas de manera individual. [27]

Hueso. El hueso está compuesto por un tejido compacto conocido como hueso cortical aunado a un material poroso con textura esponjosa llamado hueso trabecular, en ambos tipos de tejido, su formación base está formada por una laminilla ósea, cuyo espesor oscila en $5\ \mu\text{m}$. La calidad del hueso o el rendimiento de este depende de diferentes factores como lo son: forma, tamaño o cantidad del hueso, arquitectura y calidad ósea.

El hueso tiene una composición de 15% de material orgánico, 25% de agua y 60% de fases minerales. Los iones de calcio y fosfato con mínimos porcentajes de iones de magnesio, carbonato hidroxilo, cloruro, fluoruro y citrato constituyen principalmente la fase mineral. Es por lo que se puede llevar a cabo una síntesis en el laboratorio ya que los fosfatos de calcio que se encuentran naturalmente en el cuerpo humano, también se hallan en la naturaleza como rocas minerales, esto último permite la implantación en el cuerpo, debido a la solubilidad y a la velocidad de hidrólisis porque aumentan con la disminución de la relación entre el calcio y el fósforo. [27]



Figura 10 Codo. Imagen obtenida de la página de la Academia Estadounidense de Cirujanos Ortopédicos

Aceros inoxidables. Históricamente el primer acero inoxidable utilizado en la fabricación de implantes fue el 18-8 gracias a sus propiedades mecánicas y tribológicas. Luego se realizó la introducción de los aceros 18-8Mo con el propósito de aumentar la resistencia a la corrosión en soluciones salinas. Finalmente, esta aleación fue renombrada como acero inoxidable 316, para la década de los 50's su contenido de carbono se redujo de 0.08 a 0.03%, consiguiendo mejorar su resistencia a la corrosión, pero ahora en soluciones cloruradas. Nuevamente su denominación fue modificada a 316L colado en vacío. en la actualidad se sigue utilizando como biomaterial para aplicaciones protésicas, principalmente los clavos intermedulares, tornillos y placas de osteosíntesis. [28] En su composición química existe el Ni con 17%, Fe (65%), Cr (20%), Mo (3%), y 0.03% de C. Entre otros componentes como Mn, P, y S con porcentajes por debajo del 2.8%. estos aceros son capaces de ser endurecidos a través de trabajo en frío. En base a estudios de su composición se ha hallado que el níquel en su fase austenítica, en temperatura ambiente mejora

notablemente la resistencia a la corrosión siempre y cuando este acompañado de Cr. Dentro de sus propiedades mecánicas se ha encontrado una resistencia a la deformación de 260 a 890 MPa, con un módulo de elasticidad de 200 GPa, lo que indica que en comparación con el hueso cortical es 12 veces superior.

Aleaciones CoCr. Las aleaciones de cobalto-cromo han sido utilizadas durante mucho tiempo en aplicaciones odontológicas, y en los últimos años se ha probado para aplicaciones en prótesis articulares. Mientras que la aleación para forja se ha utilizado para la fabricación de vástagos de implantes que soportan grandes cargas como lo son la cadera y rodilla.

Pérez Rojo Narra que las aleaciones de Ti tienen una biocompatibilidad similar a la del Vitalio (CoCrMo) y el acero inoxidable. Sus características son de interés científico, ya que la adición de elementos aleantes le confiere la posibilidad de modificar sus propiedades en un amplio rango debido a que es un material alotrópico. [29]

También describe que la formación de una capa delgada, compacta y adherente de óxido, capaz de pasivar el materiales permite una buena resistencia a la corrosión. Desde luego bajo las condiciones fisiológicas se puede determinar una velocidad de corrosión muy baja. Comparando este tipo de aleaciones con las de titanio puede concluir que las aleaciones presentan una inercia química y características mecánicas ideales para implantes a diferencia del resto de los metales. Sin embargo, su principal desventaja es la resistencia a la fricción teniendo como consecuencia la falta de los procesos de regeneración y reabsorción menciona Pérez Rojo.

	Aceros inoxidables	Aleaciones de cobalto	Aleaciones de titanio
Designación	ASTM F-138	ASTM F-75 ASTM F-799 ASTM F-1537	ASTM F-67 (ISO 5832/TT) ASTM F-136 (ISO 5832/2) ASTM F-1295
Principales elementos aleantes (% peso dentro de la aleación)	Fe (bal.) Cr (17-20) Ni (12-14) Mo (2-4)	Co (bal.) Cr (19-30) Mo (0-10) Ni (0-37)	Ti (bal.) Al (6) V (4) Ni (7)
Ventajas	Coste Disponibilidad Facilidad de procesamiento	Resistencia al desgaste, a la corrosión y a la fatiga	Biocompatibilidad Resistencia a la corrosión y a la fatiga Módulo de Young bajo
Desventajas	Comportamiento a largo plazo Módulo de Young alto	Módulo de Young alto Biocompatibilidad	Resistencia al desgaste Baja resistencia al cizallamiento Procesamiento relativamente complicado
Principal uso en cirugía ortopédica	Dispositivos temporales de fijación Usados en el vástago de prótesis de cadera en Reino Unido	Odontología Vástago de prótesis Componentes portantes en prótesis	Dispositivos de osteosíntesis o fijación permanentes Usadas en prótesis de caderas con cabeza femoral modular asociada a CoCrMo o cerámicas

Figura 11. Esquema de las características de los biomateriales utilizados en Traumatología y Cirugía ortopédica. [28]

2.4.2 316L

En la zona manufacturera el acero inoxidable de grado 316L (AISI 316LSS) es una aleación presente en muchas aplicaciones debido a su esterilidad higiénica, resistencia a la corrosión y oxidación, así como la durabilidad. Sus propiedades han permitido que existan distintas aplicaciones como solo son los implantes médicos, en el sector alimenticio, productos petroquímicos, por mencionar algunos.

La química de este acero inoxidable está compuesta en un alto porcentaje de Cr (18.5%) y Ni (14%), así como algo de Mo (2-3%) atribuida a sus propiedades químicas y mecánicas. Sin embargo, la fabricación de los implantes con este material puede causar reacciones alérgica o dermatitis gracias al porcentaje de níquel en su composición. Además de la falta de bioactividad dando como resultado la nula integración ósea y la limitada vida que puede llevar la prótesis. Debido a esto se promovió la investigación y el descubrimiento de nuevos biomateriales metálicos. [28]

2.4.3 Ti6Al4V

Desde los años 60's se utiliza al titanio como material para la fabricación de implantes articulares. La experimentación en fémures de animales manifestó la biocompatibilidad similar a la del acero inoxidable y la aleación CoCrMo. Se estudiaron las diferencias en las propiedades mecánicas y electroquímicas, así como la comparación de las densidades del titanio con 4.5g/cm^3 , el acero inoxidable (7.9g/cm^3), así como los 8.3g/cm^3 del CoCrMo moldeado y los 9.2g/cm^3 del CoNiCrMo forjado, siendo características importantes para considerar para determinar su aplicación. [30]

La composición de cada aleación seleccionada en las diferentes aplicaciones determinará las propiedades mecánicas, por ejemplo, el titanio puro presenta una transformación alotrópica aproximadamente a los 885°C , pasando de tener una estructura cristalina HCP (fase α) a una estructura cristalina BCC (fase β). [31]

El módulo de Young es una propiedad de gran interés a la hora de seleccionar cualquier biomaterial para una aplicación biomédica, en el caso de las aleaciones de titanio poseen un módulo de Young entre 66 y 110 GPa, correspondientes a las aleaciones Ti-13Nb-5Ta-7Zr-0,4O y Ti-6Al-4V respectivamente, siendo una buena opción para la fabricación de componentes que no estén sometidos a rozamiento. Ver tabla 1.

Tabla 1. Modulo Elástico Biometales

Aleación	Estructura	Módulo elástico (GPa)	Límite elástico (MPa)
Ti CP (Grado 2)	α	100-105	276-360
Ti6Al4V	$\alpha - \beta$	110-117	800-1100
Ti6Al7Nb	$\alpha - \beta$	100-110	898-905
Ti12Mo6Zr2Fe	β	63-90	900-1150

Sonia Camero et al. Menciona que Ti6Al4V posee malas propiedades tribológicas. Ya que el efecto de la velocidad de deslizamiento recíproca en propiedades de tribocorrosión de la aleación bajo potenciales catódicos y de circuito abierto en fluido corporal simulado. Los resultados exhibieron una influencia de la velocidad de deslizamiento en la microestructura de las superficies desgastadas y consecuentemente en la tasa de desgaste bajo condiciones probadas. [30]

La tasa de desgaste a bajas velocidades de deslizamiento fue de magnitud menor en comparación con la velocidad de deslizamiento más rápida. El comportamiento sinérgico y antagónico fue asociado con la velocidad de deslizamiento.

2.5 Biocompatibilidad

Es la capacidad de aceptación de un material por el organismo del ser humano, sin obtener una respuesta inflamatoria, reacciones alérgicas o producción de tumores cancerígenos. Sin dejar de mencionar el rechazo de algún componente del elemento en cuestión a causa de desarrollo de Biofilm o fibrosis alrededor del material. [25]

2.6 Películas Delgadas

En términos generales, para saber acerca de las películas delgadas, hablemos del sustrato quien es el material que será recubierto, y el recubrimiento como cuerpo líquido o sólido que presenta una área sumamente inferior al resto del sustrato. Las propiedades del revestimiento difieren de la aleación o biomaterial utilizado. Teóricamente se define a los recubrimientos como películas gruesas con un espesor mínimo de $1 \mu m$, mientras que las películas delgadas manejan espesores inferiores a $1 \mu m$,

Por lo tanto, mientras reducimos el espesor de micrómetros a nanómetros, el volumen pasa de ser recubrimiento a película delgada, en base al punto de vista tecnológico, esta modificación permite mejorar y aumentar la relación entre la superficie del sustrato y el volumen del revestimiento, es

decir, la relación de los materiales involucrados. La reducción del volumen del revestimiento cambia las propiedades del material, como el aumento de la resistividad eléctrica y la disminución del punto de fusión. [32]

2.6.1 Nitruro de Titanio

Una de las características por la que el nitruro de titanio es contemplado dentro de las aplicaciones biomédicas, es por sus propiedades tribológicas, ya que posee alta dureza, una adherencia aceptable a sustratos de acero y estabilidad química. Es importante mencionar que la rugosidad inicial sobre la superficie influye notoriamente en la resistencia al desgaste, pues mientras esta sea más lisa, en su contacto con la contraparte tendrá menor índice de desgaste. [33]

Mediante la fabricación de multicapas de nitruro y nitruro de titanio, sus propiedades mecánicas y tribológicas mejoran notoriamente, cabe mencionar que esto depende de la aplicación que se destine. [34]

Dentro de las propiedades tribológicas existen 4 procesos de contacto y desgaste los cuales son:

- Desgaste inicial, con fricción.
- Formación de capas, con alta fricción.
- Desgaste en estado estable, baja fricción.
- Destrucción de capas.

En la siguiente tabla se mencionan los parámetros del recubrimiento de nitruro de titanio.

Tabla 2 Propiedades de Nitruro de Titanio.

Propiedades	Parámetros
Estructura y parámetro de red	FCC (NaCl) $a= 0,424$
Composición	TiN _{0,6} a TiN _{1,1}
Peso molecular	64,95 g/mol
Color	Dorado
Punto de fusión	2950° C
Calor específico	33,74 J/kmol

Las películas delgadas de TiN han sido un foco de atención en el desarrollo de recubrimientos protectores para implantes protésicos debido a que puede mejorar la resistencia al desgaste, la corrosión, así como mantener una estabilidad química y alcanzar 400% de efectividad en la vida útil. Sin embargo, su aplicación es algo restringida a causa de las limitaciones del espesor en los revestimientos, por ende, la dureza, el punto de fusión, la conductividad y las propiedades de resistencia a la corrosión dependen en gran manera del espesor del recubrimiento (entre 1 μm y 10 μm). [35]

2.7 Corrosión

La corrosión es uno de los fenómenos incluidos dentro de los parámetros básicos para definir la biocompatibilidad de los biomateriales usados para los implantes, gracias a su función en la

liberación de iones metálicos en un ambiente de fluidos biológicos dentro del cuerpo humano, así como su influencia en la degradación de los componentes de cualquier prótesis. [36]

2.7.1 Tribocorrosión

La tribocorrosión es un fenómeno donde las superficies de los materiales entran a un proceso de degradación ya que están sometidos a la fricción, lubricación y desgaste de manera conjunta. La norma ASTM G40 la define como un proceso simultáneo entre las superficies de materiales sometidas a un movimiento relativo en un ambiente dado. [37] La superficie que está recubierta normalmente está rodeada por un fluido corrosivo causando así un ataque químico; existen tres procesos de desgaste-corrosión en aceros inoxidables con recubrimiento duro de CrN.

- Tipo 1. Las interacciones ligeras de desgaste-corrosión obtenidas gracias a la eliminación o daño de películas pasivas sobre recubrimientos, donde su solución es la pasivación.
- Tipo 2. Referente a las grandes interacciones de corrosión por desgaste en consecuencia al ataque galvánico del sustrato que conduce a la formación de burbujas y provoca la eliminación del recubrimiento bajo constante deslizamiento.
- Tipo 3. Se refiere a que el recubrimiento entra en un proceso de abrasión durante el deslizamiento debido al ataque galvánico de la contracara para luego ser endurecida.

Las afectaciones debido a los resultados de estos procesos pueden ser positivas o negativas para las propiedades del material, esto depende de su naturaleza y las condiciones en las cuales se encuentra. Por ejemplo, en el caso del hierro, se forma herrumbre debido a la baja densidad que el metal base posee, provocando que este se desprenda de la superficie, facilitando que la corrosión continúe ocurriendo, de esta manera se consume el material. A diferencia del aluminio, el níquel o el cromo, cuyo resultado en el proceso corrosivo forma una capa sólida y estable en la superficie de estos metales, evitando que la corrosión se extienda y de esta manera el material está protegido, en este caso el proceso es conocido como pasivación, donde el fenómeno es denominado inoxidable, para los aceros, por ejemplo. [38]

Corrosión microbiológica. [39] La naturaleza de los líquidos biológicos que circulan en los sistemas propicia el desarrollo de bacterias, así como su acumulación, en donde la aglomeración y las condiciones propician las condiciones para que exista variaciones en la concentración de oxígeno y sales capaces de desarrollar otros procesos corrosivos.

Todas las aleaciones y metales utilizados en implantes quirúrgicos se inactivan por la formación de una película en la periferia que inhibe la corrosión, manteniendo fluida la corriente y la liberación de iones al medio en porciones muy bajas.

En base a la teoría se conocen diferentes tipos de corrosión (ver figura 12) que prevalecen en implantes quirúrgicos como lo son las prótesis de hueso, estas son de tipo localizado, es decir, que no presentan una degradación general o total, sino en un punto específico de la pieza; o bien la corrosión es provocada por mecanismos complementarios como puede ser esfuerzos mecánicos, tanto estáticos como dinámicos. [40]

La corrosión por picadura inicia en defectos o grietas de la película delgada o recubrimiento, en los defectos propios del material, en inclusiones no metálicas, en huecos o en dislocaciones de la red cristalina, por ejemplo. [41] Esta mecánica que se autoalimenta favorece la penetración de la falla hacia el interior de la pieza en cuestión, la mayor concentración de este ataque permanece en el

fondo de la falla, siendo la zona donde el microambiente ha evolucionado hacia condiciones altamente peligrosas.

Dentro del área de corrosión provocada por mecanismos, encontramos la fatiga, siendo una fractura del material promovida a partir de la interacción de reacciones electroquímicas con daños mecánicos. Este fenómeno es de vital importancia, sobre todo en las prótesis donde la resistencia a cargas mecánicas o movimientos cíclicos sean parte de su función. Concluyendo con la corrosión por rozamiento, el cual es un problema que ocurre cuando dos superficies están en contacto y experimentan movimientos relativamente de menor amplitud. [42] Al hablar de este ataque consideremos la combinación de un desgaste por abrasión y uno electroquímico.

2.8 Osteointegración

A la aceptación e integración funcional de un implante insertado en un hueso se le denomina osteointegración, dentro de este proceso están inmersas dos etapas conocidas como osteoinducción y osteoconducción, en donde en la primera existe una diferenciación entre células madre y osteogénicas que finalmente son las que forman el tejido óseo. Cuando estas células forman hueso nuevo se realiza un proceso mejor conocido como osteogénesis. La cual es dividida entre osteogénesis a distancia y de contacto; en la primera el hueso es formado desde la superficie del hueso adyacente, mientras que en la segunda la formación se produce a partir de la superficie del implante, es decir, ya sea desde la superficie del hueso circundante o desde el implante hacia el hueso. [43]

Cuando se forma la osteogénesis desde la superficie de la prótesis se produce una colonización celular de origen mesenquimal; y esta es denominada osteoconducción refiriéndose a la formación de hueso sobre la periferia del material bioactivo. [44] Este fenómeno se produce solamente si existe biocompatibilidad sobre las características superficiales del sustrato al formarse una interfaz de contacto entre la prótesis y el tejido biológico. Cuando esta interfaz tiene un grosor de 0,1 a 10 μm y que difícilmente se adhiere a la superficie del material se dice que el material solo es biotolerable; y biorreabsorbible cuando el sustrato es reemplazado por tejido autólogo.

Cuando existe toxicidad en los iones, liberación de partículas, coagulación sanguínea, la adhesión de plaquetas de las sangre a la superficie del material o encapsulación de tejido fibroso; la osteointegración tiene altas posibilidades de fallar. Por lo que se ha desarrollado investigación para generar procesos que ayuden a modificar el acabado superficial de los implantes, como lo es la pulverización de plasma la cual provee de un recubrimiento en el material capaz de incrementar la absorción de integrinas, las cuales son cadenas proteicas responsables de la adhesión a nivel celular entre el citoesqueleto y un biomaterial. [20]

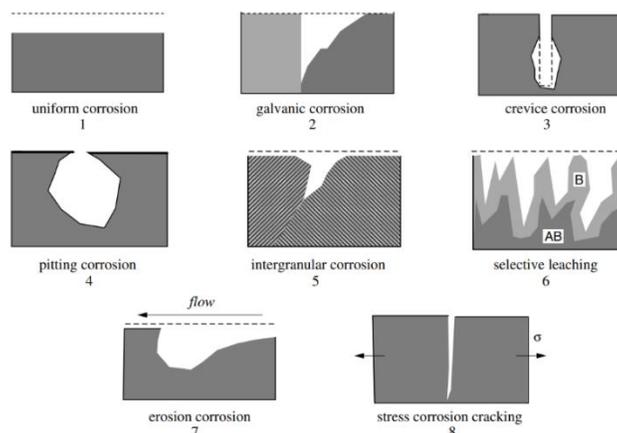


Figura 12. Tipos de corrosión. [40]

2.9 Técnicas de Deposición

Un proceso de deposición atómica es aquel en el que el material de recubrimiento se deposita átomo por átomo. La película resultante puede variar de monocristal a amorfa, completamente densa, pura a impura y delgada a gruesa. Generalmente, el término "película fina" se aplica a capas que tienen espesores del orden de una micra o menos ($1 \text{ micra} = 10^{-6} \text{ metros}$) y pueden ser tan delgadas como unas pocas capas atómicas. Los depósitos más gruesos se denominan recubrimientos. El término "película gruesa" generalmente no se usa para depósitos gruesos al vacío depositados atómicamente, ya que ese término se usa para los tipos de deposición "con pintura, con fuego".

A menudo, las propiedades de las películas delgadas se ven afectadas por las propiedades del material subyacente (sustrato) y pueden variar según el espesor de la película. Las capas más gruesas se denominan generalmente revestimientos. En la figura 13 se pueden observar procesos de deposición atómica los cuales se pueden realizar en vacío, plasma, gaseoso o ambiente electrolítico.

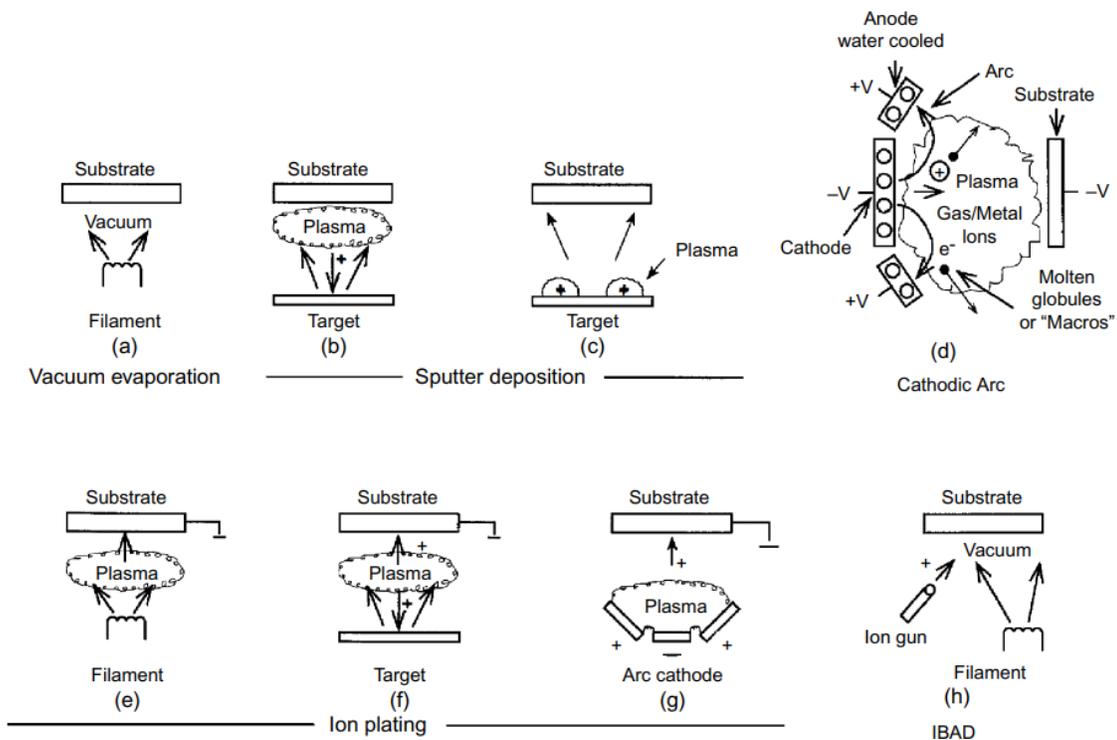


Figura 13. Técnicas de deposición.

2.9.1 Deposición Física de Vapor

Los procesos físicos de depósito de vapor son procesos de deposición atomística en los que el material se vaporiza a partir de una fuente sólida o líquida en forma de moléculas y se mueve en forma de vapor a través de vacío o gas de baja presión (o plasma) ambiente al material, donde se condensa. Normalmente, los procesos PVD se utilizan para depositar películas con espesores en el rango de unos pocos nanómetros a miles de nanómetros; sin embargo, también se pueden usar para formar recubrimientos multicapa, depósitos de composición escalonada, depósitos muy gruesos y estructuras independientes. [45]

Los sustratos pueden variar en tamaño desde muy pequeños a muy grandes. Los sustratos pueden variar en forma desde geometrías planas hasta complejas, como correas de reloj y brocas de herramientas. Las tasas de deposición de PVD típicas son de 10 a 100 Å (de 1 a 10 nanómetros) por segundo.

Los procesos físicos de deposición de vapor se pueden utilizar para depositar películas de elementos y aleaciones, así como compuestos que utilizan procesos de deposición reactiva. En los procesos de deposición reactiva, los compuestos se forman mediante la reacción del material que se deposita con el gas ambiente, como el nitrógeno (p. Ej., Nitruro de titanio, TiN) o con un material que se deposita conjuntamente (por ejemplo, carburo de titanio, TiC). La deposición cuasi reactiva es la deposición de películas de un material compuesto de una fuente compuesta donde la pérdida de las especies más volátiles o menos reactivas durante el proceso de transporte y condensación se compensa al tener una presión parcial de gas reactivo en el entorno de deposición; por ejemplo, la deposición cuasi-reativa de ITO (óxido de indio-estaño) de un blanco de pulverización de ITO usando presión de oxígeno en el plasma. Las principales categorías de procesamiento de PVD son la deposición al vacío (evaporación), la deposición por pulverización catódica, la deposición de vapor por arco y el revestimiento iónico.

2.9.2 Deposición al Vacío

Este proceso de PVD consta del transporte de un material a través de una fuente de vaporización térmica sobre un sustrato con baja colisión molecular del gas entre la fuente y el sustrato. El vacío que se produce permite la capacidad de reducción de contaminantes gaseosos en el sistema de deposición. Normalmente, la deposición al vacío tiene lugar en el rango de presión de gas de 10^{-5} Torr a 10^9 Torr, dependiendo del nivel de contaminación gaseosa que se pueda tolerar en el sistema de deposición. La tasa de vaporización térmica puede ser muy alta en comparación con otros métodos de vaporización.[46] El material vaporizado de la fuente tiene una composición que es proporcional a las presiones de vapor relativas del material en el material fuente fundido. Es importante mencionar que se utiliza fuentes calentadas térmicamente como lo son las bobinas de alambre de tungsteno o haz de electrones del propio material fuente. Generalmente, los sustratos se montan a una distancia apreciable de la fuente de evaporación para reducir el calentamiento radiante del sustrato por la fuente de vaporización. Esta técnica de deposición se utiliza principalmente para la fabricación de recubrimientos de interferencia óptica, decorativos o de permeación en materiales utilizados para embalaje, sus películas deben ser conductoras de electricidad, con propiedades tribológicas y anticorrosivas.

2.9.3 Deposición por Arco

Entre las técnicas de PVD, encontramos la deposición de vapor por arco que utiliza la vaporización de un electrodo en condiciones como fuente de material vaporizado. Estas condiciones consisten en una corriente alta, corriente eléctrica de bajo voltaje que pasa a través de un gas o vapor del material del electrodo. El potencial de ionización del gas o vapor (25 voltios) tiene que estar cerca del voltaje de arco. El bombardeo iónico en el cátodo y el bombardeo de electrones en el ánodo calientan los electrodos.

Gracias a la alta densidad de los electrones, son ionizados un alto porcentaje de átomos dentro del proceso de vaporización por arco. Por lo que gran cantidad de material expulsado corresponde a los átomos evaporados, sin dejar de mencionar que algunos también son expulsados en forma de gotas fundidas o partículas sólidas. [46]

A través de la vaporización de una parte del material del electrodo o bien entre electrodos dentro de un entorno gaseoso de baja o alta presión conocido como arco gaseoso se puede establecer el arco entre electrodos estrechamente espaciados en un buen vacío (arco de vacío).

Los arcos gaseosos se utilizan en procesos como la pulverización por plasma y la soldadura por arco. En el procesamiento de PVD, la vaporización por arco es considerada una fuente de vaporización única junto con la vaporización térmica y la pulverización. El carbono depositado en arco se ha utilizado durante mucho tiempo como una película de replicación en microscopía electrónica.

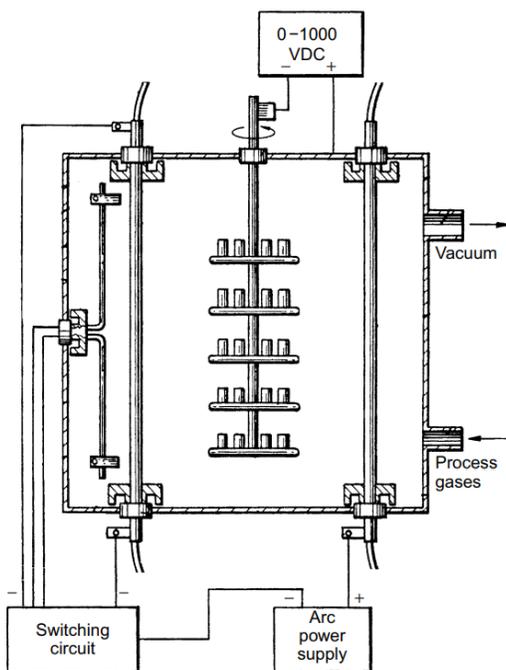


Figura 14 Deposición por arco.

2.9.4 Deposición por pulverización.

Esta técnica consta de la deposición de partículas arrojadas desde un objetivo, por el proceso de pulverización física de vapor. Este proceso no es térmico, ya que los átomos de la superficie son ionizados desde una fuente de energía por medio de un ion de gas que es acelerado a través de un plasma. Este proceso de PVD a veces se denomina simplemente pulverización catódica, es decir, "películas pulverizadas de -" que es un término inadecuado en el sentido de que la película no se pulveriza. Generalmente, la distancia de la fuente al sustrato es corta en comparación con la deposición al vacío.

La deposición de sputter puede ser realizada por bombardeo de iones enérgico de una superficie sólida (blanco de pulverización catódica) en el vacío usando una fuente de iones o plasma de baja presión donde las partículas pulverizadas sufren pocas o ninguna colisión de fase gaseosa en el espacio entre el objetivo y el sustrato.[47]

La pulverización también se puede realizar a una presión de plasma más alta (5^{-30} m Torr) donde las partículas energéticas pulverizadas o reflejadas desde el objetivo de pulverización catódica se "termalizan" por colisiones en fase gaseosa antes de que alcancen la superficie del sustrato. El plasma utilizado en la pulverización catódica se puede confinar cerca de la superficie o puede llenar la región entre la fuente y el sustrato. La fuente puede ser un elemento, una aleación, una mezcla o un compuesto y el material se vaporiza con la composición a granel del objetivo. El objetivo sputter proporciona una fuente de vaporización de larga duración que se puede montar para vaporizar en cualquier dirección.

Los materiales compuestos como el TiN y el nitruro de circonio (ZrN) se "depositan por pulverización catódica reactiva" mediante el uso de un gas reactivo en el plasma. La presencia del plasma "activo" y el gas reactivo ("activación del plasma"), haciéndolo más reactivo químicamente.[48]

En la figura 15 observamos la deposición por pulverización, la cual se usa ampliamente para depositar metalización de película delgada en material semiconductor, recubrimientos en vidrio arquitectónico y recubrimientos reflectantes en discos compactos (CD) y para películas magnéticas, lubricantes de película seca, recubrimientos duros (herramientas, piezas de motor) y

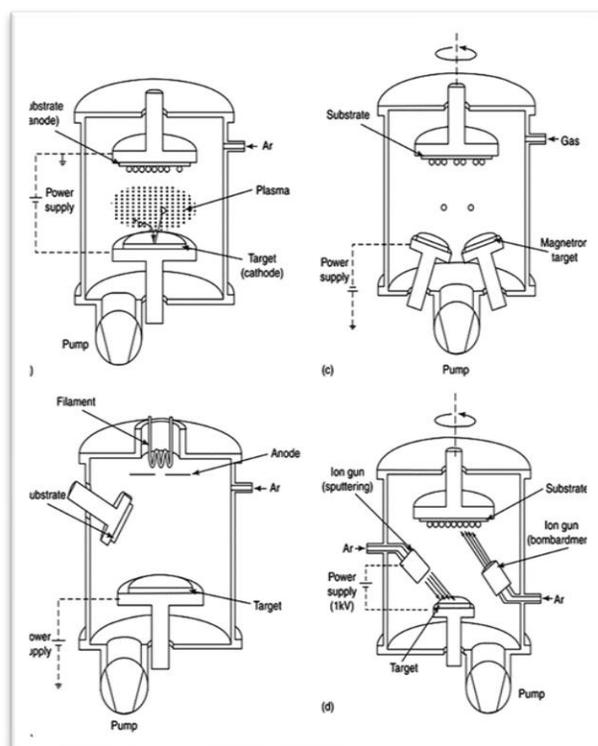


Figura 15. Deposición Sputter.

recubrimientos decorativos. [49]

2.9.5 Elementos del reactor Sputtering

Los magnetrones se pueden definir como dispositivos de diodo los cuales utilizan campos magnéticos conectados de manera organizada con la superficie del cátodo para formar trayectos de electrones que están configurados de tal manera para las corrientes de estos se cierren sobre si mismos. Existe una variedad de configuraciones de magnetrones (ver figura 16) y su desarrollo proporciona tasas de deposición altas, en grandes áreas de deposición y manteniendo un bajo calentamiento de la muestra sometida al proceso. Esto revolucionó el proceso de pulverización catódica permitiendo ampliar la gama de aplicaciones. [49]

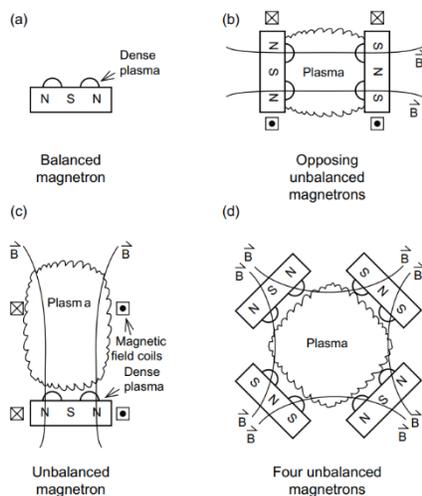


Figura 16. Configuración de magnetrones planos. [45]

La pureza del material colocado en el objetivo debe ser esencialmente alta para evitar la formación de impurezas y que la mezcla depositada tenga inciertos en su composición química y por ende altere las propiedades de la película depositada, sin embargo, no debe serlo de manera exagerada ya que el costo del material aumenta fuertemente gracias al grado de pureza en este.

Comúnmente en el proceso de deposición se utiliza más de un objetivo de pulverización catódica. Estos pueden configurarse en secuencia o de forma aleatoria para que se pueda depositar una película multicapa. El objetivo plano, cilíndrico, cónico, cilíndrico giratorio y el cátodo de poste son las organizaciones más comunes de objetivos de pulverización catódica. [46] Cada material instalado en los diferentes objetivos tiene diferentes características aun teniendo la misma configuración catódica esto es debido a las emisiones secundarias de electrones dentro de los objetivos. En la figura 17 podemos ver que, dentro del proceso de pulverización, justo en el momento en el que el sustrato es expuesto delante del objetivo se puede observar cambios en la colorimetría del plasma, esto puede cambiar dependiendo de la posición del magnetron, así como su potencial magnético. El Comité F-1 de ASTM provee de estándares para algunos objetivos de pulverización catódica.

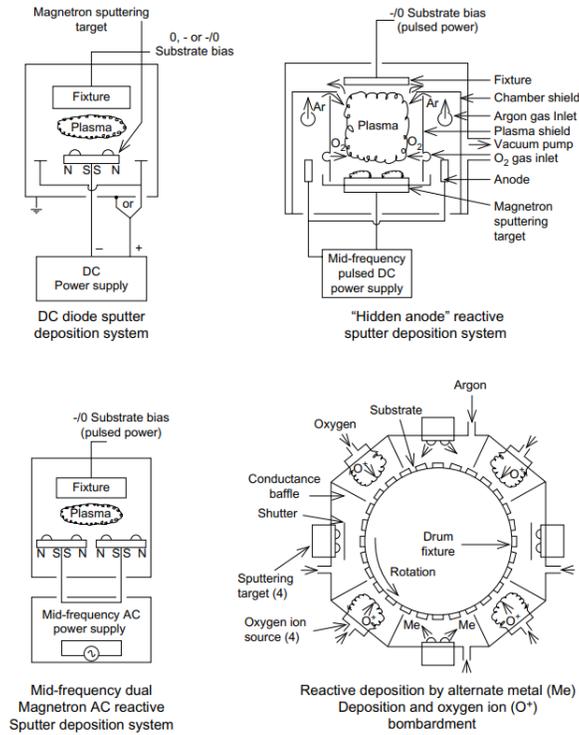


Figura 17 Algunas configuraciones de pulverización catódica. [45]

Vacío. De acuerdo con la American Vacuum Society el término vacío se define como un espacio lleno de un gas a una presión inferior a la atmosférica, es decir, cuando existe un vacío, la densidad de las moléculas de gas dentro de la cámara es inferior que la densidad de estas fuera de la cámara. Denotando que un vacío perfecto u absoluto no existe ya que un espacio sin materia es prácticamente irrealizable. [50] Cabe mencionar que este elemento es esencial, pues es necesario tener las superficies limpias, especialmente en el sustrato para así evitar la contaminación por moléculas de grado residual. Ver figura 18.

Este término es usado para delimitar un volumen o región en que la presión es significativamente inferior a 760 torr. Dentro del sistema de medición tradicional expresamos la presión normal en milímetros de columna de mercurio y 760 milímetros de columna de mercurio es igual a 1 atmosfera estándar. Por ello la unidad tradicional de presión es el torr, que equivale aproximadamente a 1 milímetro de mercurio. [51]

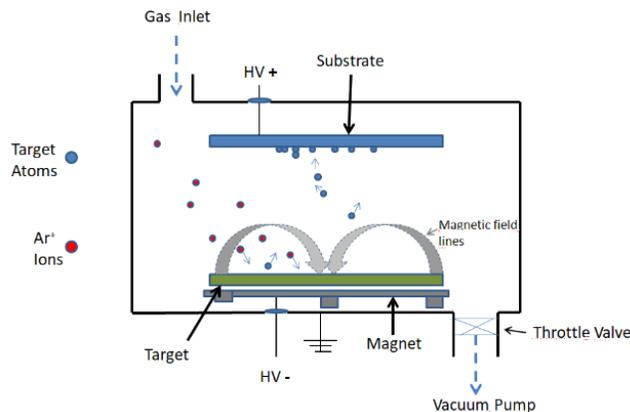


Figura 18. Vacío

Plasma. Aunque el plasma es considerado como un estado de la materia, es decir, hallado de manera natural, es importante mencionar que sus propiedades únicas lo convierten en una poderosa herramienta usada en la modificación de materiales, que van desde su eliminación hasta la deposición de películas delgadas o revestimientos. [32]

Existe una gran diferencia entre los plasmas y los gases no ionizados; debido a la diferencia de masa entre los iones cargados positivamente y electrones cargados negativamente, así como su energía. De esta manera definimos a los plasmas como los gases parcialmente ionizados negativamente de manera similar. [52] Es importante mencionar que las propiedades del plasma, como es la temperatura, la densidad, los iones y electrones no se controlan. El tipo de plasma de uso común es de descarga, los cuales se generan al aplicar un campo eléctrico a un volumen de gas, un plasma reproducible se establece teniendo una geometría, presión y composición de gas constante, así como un voltaje y corriente objetivo (potencia).

2.9.6 Parámetros del proceso de PVD

Presión y energía. La presión y la energía son dos parámetros de gran importancia al momento de realizar una deposición, (ver figura 19) ya que de ambas depende las propiedades de las películas depositadas. Mientras que la energía transferida se mide a través de la temperatura y en función de esta, la tensión de la película varía drásticamente con la presión. Pues si esta es baja, la tensión en el revestimiento es alta, contrario a si se presenta un aumento en la presión, porque la tensión cambia de compresión a tracción. Dentro de un sistema de deposición catódica, pueden existir modificaciones muy visibles de presión dentro de la cámara de deposición. Esto es debido al proceso de inyección del gas, a la acumulación de este en la cámara o a la posición y dirección del bombeo. [32]

Nucleación y crecimiento. [53] Como podemos ver en la figura 19 durante la deposición el bombardeo de iones genera la formación de sitios activos debido al choque de los iones con el sustrato, a medida que pasa el tiempo estos sitios van siendo ocupados por los átomos energizados provocando así el crecimiento de la densidad entre cada nucleación,[54] dando como resultado la generación de una capa sobre otra dando lugar al revestimiento que se busca lograr. [55]

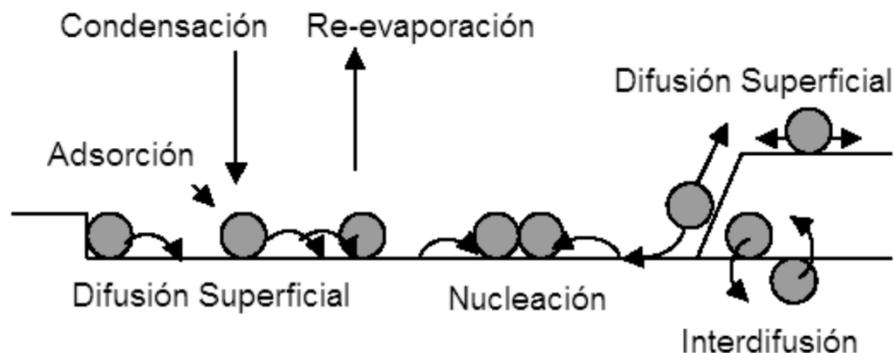


Figura 19 Proceso de deposición. [54]

Durante el proceso de nucleación el mecanismo de crecimiento de las películas delgadas por deposición, que se puede observar en la figura 20, ocurre de 3 formas, las cuales son:

- a) Crecimiento de islas (Volmer-Webber)
- b) Crecimiento en 2D, capa por capa o caso intermedio (Frank Van de Merwe)
- c) Crecimiento Stranski-Krastanov

La primera resulta del proceso de atracción de los átomos incidentes entre sí, es decir, los átomos que se absorben se esparcen de alguna forma sobre el sustrato interactuando con otros, provocando un fenómeno de re-evaporación o la formación de islas, estas crecen en anchura y espesor y son adyacentes entre ellas. Se crean nuevos puntos de nucleación para átomos secundarios en los huecos que se forman en las películas depositadas. Este mecanismo de crecimiento suele darse en un sistema de metal sobre aislante. [53]

Mientras que en la forma capa por capa los átomos son fuertemente atraídos hacia el sustrato en lugar de hacerlo entre ellos, debido a la baja densidad de los defectos interfaciales y al buen acoplamiento atómico en la interfase entre el sustrato y la película, dando como resultado un enlace fuerte entre los átomos. Este tipo de crecimiento se da preferentemente entre un metal sobre metal o cuando el metal crece sobre sí mismo en estado puro.

En comparación con el mecanismo Stranski-Krastanov el cual consta de la combinación de los dos anteriores, con la diferencia de la formación de la monocapa de manera continua mediante un crecimiento epitaxial seguido por islas. Este mecanismo es dado de manera accidental gracias al aumento de esfuerzos que a su vez origina defectos en la formación de la película provocando sitios de nucleación heterogéneos en la formación de dichas islas. Normalmente se observa este crecimiento en sistemas de un metal sobre metal, así como un metal sobre un semiconductor. Por lo tanto, en esta investigación el tipo de crecimiento que se da es de caso intermedio. [55]

Para las etapas de nucleación y formación de interfaces del crecimiento de la película es importante la composición química, tanto del sustrato como de la película delgada que lo recubre, ya que influye directamente en la resistencia de la interfaz y por tanto en la adhesión del

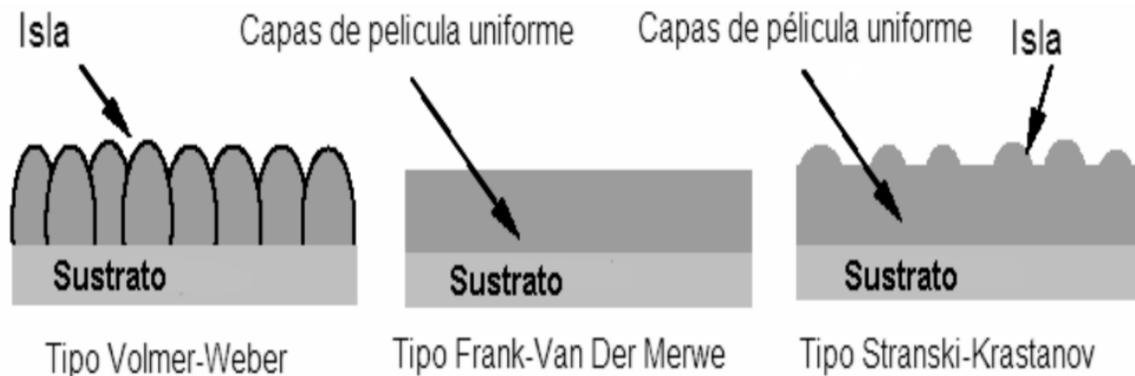


Figura 20 Tipos de crecimiento de películas delgadas. [55]

revestimiento con el sustrato.

2.10 Modelo Thornton

Debido a que Thornton considero la dependencia estructural y las propiedades de la película en base a la presión de descarga y a la temperatura establecida en el sustrato debido al modelo de estructura para evaporación al vacío. Este modelo de zona estructural fue propuesto estableciendo la textura de la película sobre la estructura interna del revestimiento, donde la textura representaba las estructuras de la película formadas como resultado de la agregación de átomos o grupos en la superficie del sustrato, principalmente en el rango de unas pocas decenas a cientos de nanómetros. La estructura interna en el modelo es la estructura cristalográfica formada dentro de la textura de película agregada. [56]

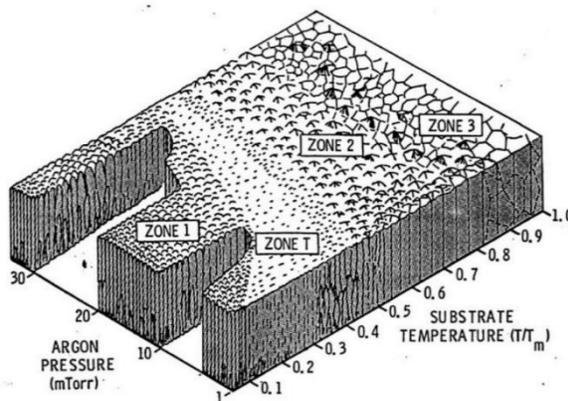


Figura 21 Modelo Thornton, zonas estructurales.

2.11 Caracterización

Para determinar las propiedades o características de un material de manera definida y exponente se acude a la caracterización a través de una serie de preguntas que nos ayuden a definir una estrategia para su desarrollo, esta es utilizada como un medio comparativo, es decir depende de una medición anterior o lo que se conoce como parámetros. Aunque no necesariamente se busque la exactitud, es cierto que se pretende alcanzar la precisión.[57]

2.11.1 Microscopia Óptica

La microscopia óptica es parte de las técnicas de caracterización microestructural en donde como podemos ver en la figura 22 a través de la imagen vista bajo un lente por medio de un haz lumínico y objetivos se observa la topografía, superficie y resultados sobre algún proceso sobre la superficie, así como la estructura del sustrato bajo experimentación permitiendo su análisis y por ende el desarrollo científico.

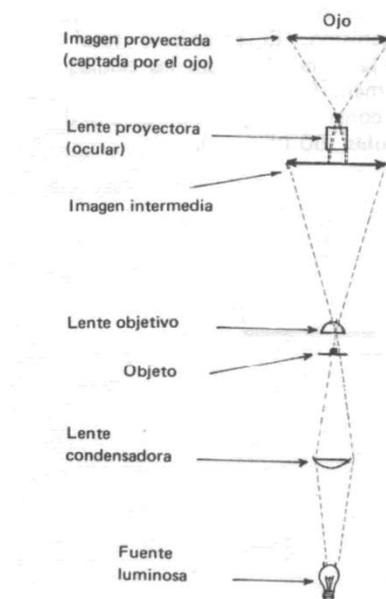


Figura 22 Esquema Microscopia Óptica.

2.11.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB o SEM)

Para obtener un examen de la morfología del recubrimiento de TiN se utiliza la microscopía de barrido electrónico (SEM) que es parte de las técnicas utilizadas para la caracterización microestructural de materiales debido a su alta resolución y capacidades de analizar características morfológicas, estructurales y químicas del sustrato bajo estudio. A través de este instrumento podemos observar la topografía de una muestra utilizando electrones secundarios activados por la interacción de un haz de electrones de alta energía, en donde el ángulo de emisión e intensidad de los electrones dependen de la topografía de la superficie y de la muestra.[28] Existen diferentes técnicas de análisis de superficie, parte de ellas son las que involucran el sondeo de especies de electrones Auger-IES. Aunque de manera general sólo las primeras capas atómicas son importantes para la nucleación del material del revestimiento, aunque la región cercana a la superficie del sustrato es importante para la formación de la interfaz. DES es utilizada para observar la reproducibilidad de la química de la superficie del sustrato, así como el efecto de la preparación de la muestra y la composición de la película delgada dentro del proceso de PVD.

Así como los contaminantes que en la superficie pueden tener interacciones no deseables para obtener una alta densidad de nucleación durante la deposición de la película e interferir en la adhesión de esta. Una característica peculiar de esta técnica es que solo se puede muestrear una

pequeña área del sustrato, lo que da pie a que inclusiones superficiales pasen por alto fácilmente, generando agujeros en las películas depositadas. [21]

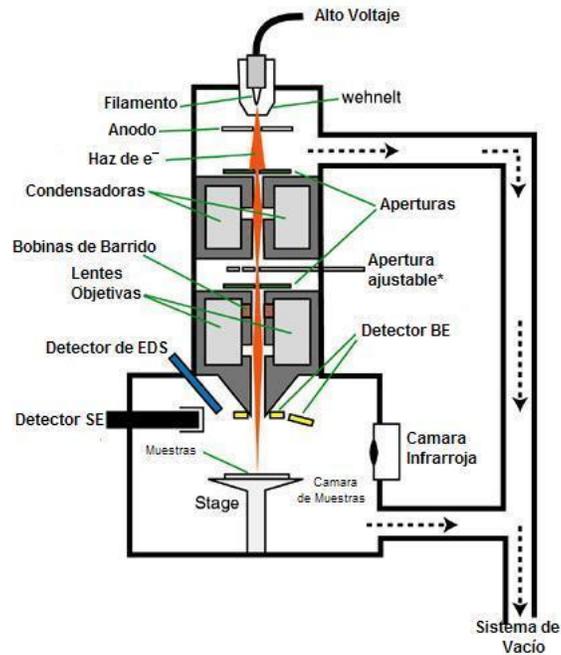


Figura 23 Microscopio Electrónico de Barrido.

2.11.3 Propiedades Mecánicas. Norma VDI 3198

Las propiedades mecánicas de la película delgada en el sustrato influyen notoriamente en la funcionalidad de la estructura tanto del sustrato como del mismo revestimiento, por ejemplo, para la resistencia al desgaste en las películas, la deformación del sustrato bajo carga es motivo de falla o bien si la película se fractura es una clara muestra del fallo en la adhesión entre el sustrato y el revestimiento.

la resistencia a la deformación plástica permanente de una superficie es la definición de dureza, la cual es medida a través de la prueba Rockwell C (específicamente para este caso) en un durómetro presionando un penetrador de diamante, en una superficie con una fuerza conocida. Para ser válido, la profundidad de penetración debe ser inferior a 1/10 del espesor del material que se está midiendo y dentro de las observaciones se determina la tenacidad a la fractura a través de la norma VDI 3198, la cual menciona:[58]

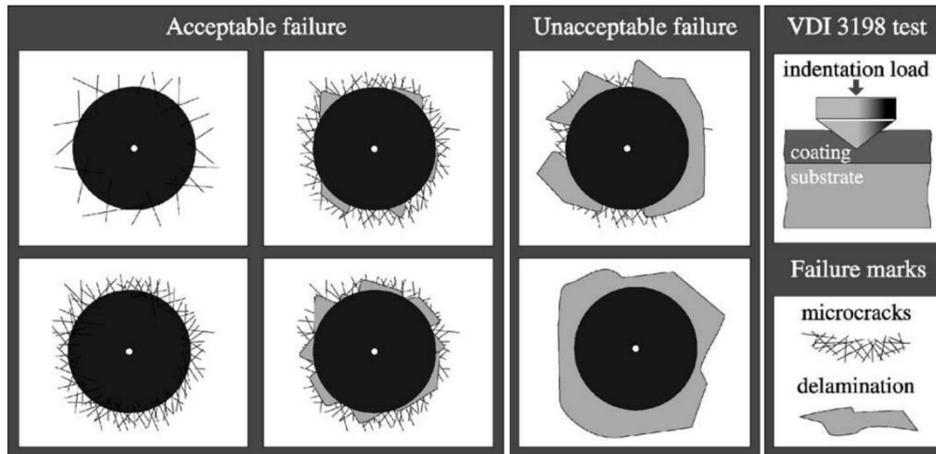


Figura 24. Norma VDI 3198. [58]

La combinación entre la fuerza del proceso de indentación y la geometría del contacto, produce tensiones de cizallamiento en la interfaz. Los revestimientos con una buena adherencia logran soportar tensiones de cizallamiento evitando así la delaminación extendida circunferencialmente a la huella. Las 4 texturas diferentes ilustradas en la fig. 24 ilustran las formas de impresión que garantizan fuertes enlaces interfaciales entre la película delgada y el sustrato.

2.11.4 Caracterización Tribológica

La relación entre un entorno biológico y equipos o herramientas médicas que involucren prótesis y equipo quirúrgico traen consigo efectos como el desgaste y la fricción, los cuales deben ser observados, estudiados y analizados con el objetivo de mejorar para tener una óptima relación en el medio que sean solicitados.

Al fenómeno producido por un mecanismo que se mueve tangencialmente sobre otro con el que tiene un contacto directo y a su vez provocan una resistencia al movimiento, es conocido como fricción, la cual no es una propiedad material, si no, una respuesta a la forma de reacción de una fuerza. Para medir el coeficiente de fricción, así como el mecanismos de desgaste se recurre a una prueba tribológica pin-on-disk el cual consta de un periodo de rodaje, seguido de un periodo de estado estacionario para concluir con un periodo de ruptura. Esta prueba está formada por un pin plano o esfera que está unida a un brazo elástico el cual carga un peso establecido, (ver figura 25) posteriormente es colocado sobre la muestra revestida en un periodo de tiempo y carrera determinado girando a una velocidad específica, dando como resultado el coeficiente de fricción para después ser calculada la tasa de desgaste tanto del balón como de la muestra. [59]

El periodo de rodaje se debe mantener controlado con el propósito de obtener resultados óptimos en un periodo de estado estacionario, ya que este representa la mayor parte de vida útil de la muestra que está siendo analizada. [20, 60]

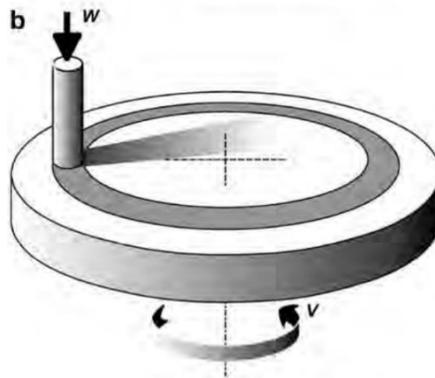


Figura 25. Dispositivo de prueba pin-on-disk.

El contacto de deslizamiento pasa por etapas de fricción antes del periodo estacionario en contacto del acero, las cuales son observadas a través de gráficos en el software del tribómetro que se esté utilizando. En la figura 26 podemos observar las etapas cronológicas desarrolladas en el proceso de rodaje de un contacto enlistadas también a continuación:

- Etapa 1. En esta etapa la adhesión no juega un papel importante pues en gran parte es el resultado del labrado en la superficie por las asperezas presentes. El coeficiente de fricción presente en esta etapa es resultado principalmente de las condiciones de la superficie y no del contacto o combinación de materiales.
- Etapa 2. En la etapa anterior las asperezas fueron eliminadas dando pie a una superficie desnuda, es en este momento donde el COF tiene un aumento debido a la resistencia que muestra la adherencia de la película.
- Etapa 3. En esta etapa el coeficiente de fricción aumenta considerablemente ya que las partículas atrapadas en la huella tribológica están dando como resultado el aumento en la tasa de desgaste. La resistencia adherente es vista notoriamente gracias a las áreas interfaciales limpias en la muestra.
- Etapa 4. En esta etapa el número de partículas atrapadas equivale al número que está siendo expulsado por ende hay una constancia en el desgaste del sustrato y a su vez en la adherencia del revestimiento. Esta etapa representa el periodo de estado estacionario en la fricción, que es cuando los materiales idénticos se deslizan uno contra otro.
- Etapa 5. La fuerza de fricción disminuye, gracias a la degradación de la deformación de la aspereza en el arado, debido a que para las partículas no es fácil anclarse a una superficie pulida.
- Etapa 6. Finalmente, el COF se mantiene estable y nivelado durante el periodo de estado estacionario.

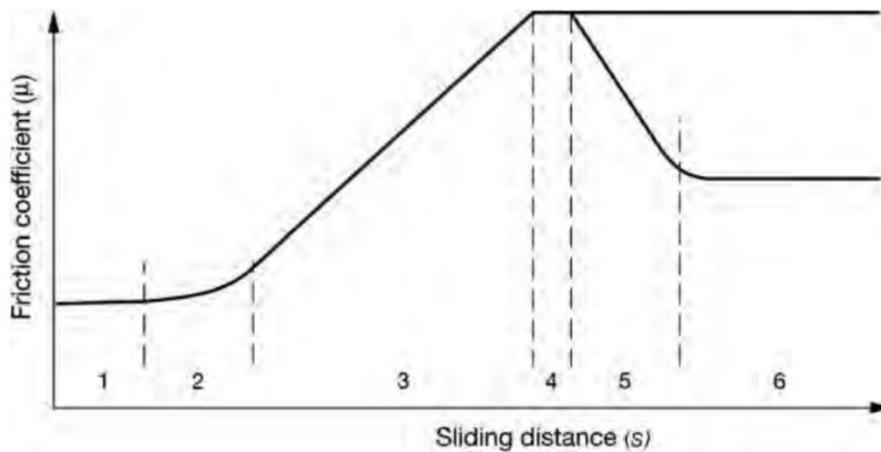


Figura 26. Etapas Cronológicas de un contacto.

2.11.5 Lubricación

La acción de mantener a dos superficies parcialmente separadas entre si a través de una película protectora generada por un lubricante unida a las superficies se le conoce como lubricación, y esta película puede estar formada química o físicamente adhiriéndose a las superficies mediante enlaces.

De esta manera es posible reducir las tasas de desgaste y fricción, mientras el lubricante logre evitar el contacto entre los materiales, y así crear resistencia al movimiento y tensiones en el material. [61]

3. Estado del Arte

R. C. Vega Morón et al. Menciona que se depositaron recubrimientos de Nitruro de Titanio, con una capa intermedia metálica de Cr, sobre sustratos de acero inoxidable AISI 316L de 1.5 mm de espesor cortados de una barra circular de 25.4 mm de diámetro. Estas muestras se trituraron con SiC papel de lija de hasta 2000 granos y luego se pulió con alúmina de 0.05 μm solución. Posteriormente, con etanol se llevó a cabo una limpieza ultrasónica durante 15 min antes de ser depositadas. La cámara se evacuó primero a una presión de alrededor de $1 \times 10^{-3} \text{Pa}$, luego se introdujo Ar (99,997% puro) a un caudal de 20 sccm, provocando un aumento de la presión de alrededor de 4.4 Pa. Bajo estas condiciones, con el sustrato precalentado, se aplicó una potencia de 50 W al magnetrón con Cr diana para iniciar el plasma. [62]

El objetivo se limpió durante 5 min, y luego la presión y la potencia se redujeron a 2 Pa y 20 W, respectivamente. La disposición para la deposición fue vertical con una distancia entre el objetivo y el sustrato de 30 mm. Con base en los resultados de alguna prueba preliminar, se preparó 1 minuto de deposición de Cr para depositar la capa intermedia. En otros estudios se consideró que el uso de una capa intermedia metálica de Cr puede proporcionar resultados similares a una capa intermedia de Ti más convencional. Posteriormente, se encendió el plasma de Ti con una potencia de 150 W, después se limpió el objetivo durante 5 min. A continuación, se ajustó el flujo de Ar y se introdujo N₂ (99,997% puro) en la cámara con diferentes relaciones Ar / N₂. La deposición de TiN se llevó a cabo a 2 Pa durante 30 min. Una vez finalizado el tiempo de deposición, las muestras se dejan dentro de la cámara para que se enfríen antes de ser retiradas. Produciéndose cinco películas, con nomenclatura especificada.

En otro estudio de R. Vega et al. Menciona que las películas de titanio que se depositaron sobre sustratos de acero inoxidable AISI 316L mediante pulverización catódica con magnetrón desequilibrado, se modificó el tiempo de deposición y la temperatura del sustrato, realizando la caracterización estructural con microscopía electrónica de barrido (SEM), elipsometría espectroscópica (SE), difracción de rayos X (XRD) y microscopía de fuerza atómica (AFM). Además, las propiedades mecánicas se obtuvieron por nanoindentación, a través de la prueba de rayado de carga progresiva (PLST) se evaluó el comportamiento de la adherencia y el desgaste, por medio de la prueba de pin-on-disk, respectivamente. Con las pruebas de rayado fueron encontrados mecanismos de rotura por tracción, compresión y rotura de espalación gruesa. La muestra orientada preferida solo mostró grietas, y exhibió una mejor relación de desgaste, que es aproximadamente dos veces mejor que el sustrato de acero. Este estudio proporcionó evidencia de cómo una película de Ti orientada preferida exhibe mejor dureza, adhesión y desgaste de propiedades. [63]

R.C. Vega et al. Realizó otra aplicación de nitruro de titanio (TiN) sobre sustratos de acero inoxidable AISI 316L con una capa intermedia metálica de Cr usando pulverización catódica con magnetrón desequilibrado de C. C., cambio la mezcla de gases y la temperatura del sustrato, para que de esta manera se estudiara el movimiento de deslizamiento en pruebas de desgaste, comparando modos de deslizamiento uní y bidireccional. Además, se analizaron la microestructura, las propiedades mecánicas y la adherencia.

La caracterización estructural se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y rayos X de incidencia rasante, difracción (GIXRD). Además, la dureza del recubrimiento se midió por nanoindentación esférica y térmica. En ambos modos de deslizamiento se utilizó la misma geometría de prueba lineal. Los espesores de los recubrimientos de TiN variaron, creciendo en orientaciones preferidas. Hallaron que el aumento del contenido de Nitrógeno durante la deposición

provoca una disminución en la adherencia del revestimiento. Para todas las pruebas, el valor más alto se obtuvo en una prueba recíproca.

T.H. Zhang et al. Elaboro en diferentes sustratos de acero, pruebas de nanoindentación y nano-rayado para recubrimientos de carbono tipo diamante (DLC) con el propósito de investigar los comportamientos de deformación y falla de los sistemas de recubrimiento/sustrato y sus propiedades tribológicas. Los resultados de la nanoindentación mostraron que la respuesta a la indentación fue dominada por la plástica y que la profundidad de la hendidura residual, la dureza, el módulo y la carga máxima en la muestra, pueden proporcionar información importante de la resistencia mecánica de los materiales ensayados.

Basándose en el proceso de Scratch con la carga normal en rampa se analizó en los tres regímenes, que son recuperación totalmente elástica, deformación plástica y delaminación de revestimientos. La respuesta al rayado fue controlada por la deformación plástica en el sustrato, este jugo un papel importante en la determinación de las propiedades mecánicas y resistencia al desgaste de tales revestimientos. [64]

P.k. Chu et al. Escribió que la ventaja es que las propiedades de la superficie y la biocompatibilidad se pueden mejorar selectivamente mientras que los atributos de volumen de los materiales permanecen sin cambios. Así los materiales existentes se pueden utilizar y las necesidades de desarrollar nuevos materiales pueden acortarse mejorando el tiempo de desarrollo, así como la calidad de estos. [65]

4. Desarrollo Experimental

4.1 Metodología

A continuación, se muestra la metodología experimental utilizada en el desarrollo de las pruebas.



Diagrama 1 Metodología Experimental

4.2 Recubrimiento

Para fines de esta investigación, se utilizó acero inoxidable 316L como sustrato recubierto por titanio como primera capa y nitruro de titanio en una segunda etapa a través del método de deposición física de vapor en la técnica de pulverización catódica de magnetrón reactivo. Ver figura 27.



Figura 27. Arquitectura de los recubrimientos por película delgada

En base a estudios se realizó el depósito de dos capas ya que tiene una aportación importante en la topografía de la superficie, así como en las propiedades mecánicas y tribológicas pues mejora notoriamente características como la rugosidad y por ende la resistencia a la fricción para los fines utilizados. De acuerdo con la literatura la composición química del acero inoxidable 316L consta de un 18.5% de Cromo, Ni (14%) y un 2% de Mo en la aleación. Y un módulo de Young de 175GPa.

4.3 Preparación de Muestras

Se eligió acero inoxidable 316L. Previamente las muestras pasaron por un proceso de mecanizado para obtener las dimensiones propias del porta muestras tanto del reactor PVD como de los diferentes instrumentos de caracterización, seguido fueron desbastadas con papel abrasivo de carburo de silicio de diferentes granulometrías, posteriormente fueron pulidas con pasta de diamante de 6 micras y 1 micra para terminar en un acabado tipo espejo, como podemos ver en la figura 28.



Figura 28 Preparación de las muestras. De lado superior derecho muestras en desbaste y del lado inferior derecho después de ser pulidas.

4.4 Reactor PVD

La deposición de las películas delgadas se llevó a cabo en el reactor PVD que se encuentra en el laboratorio de Ingeniería de Superficies del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, Campus Estado de México. En la figura 29 podemos observar un esquema con los componentes que incluyen: Magnetrones, bombas de vacío, fuente de energía, válvula de presurizado, indicadores de flujo y baratrón.

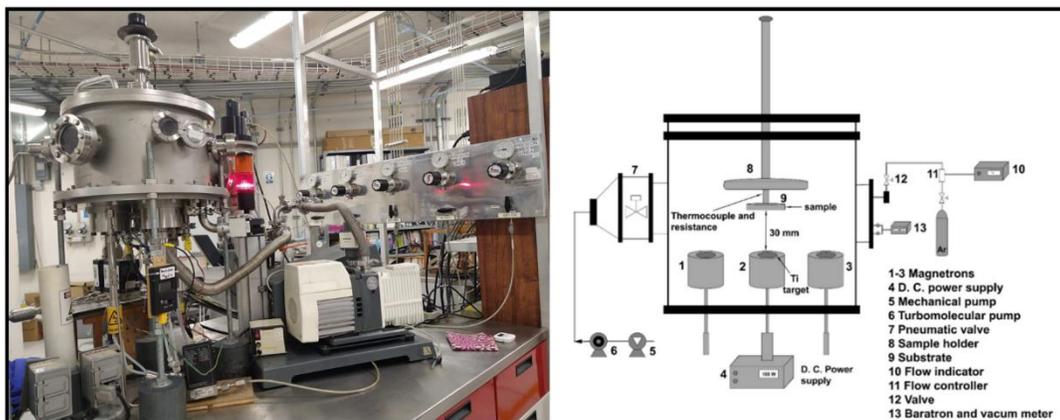


Figura 29 Componentes del reactor PVD.

Para la fabricación de revestimientos duros, el manejo de las variables es brusco modificando notoriamente las propiedades del recubrimiento, en cambio con la revisión de la literatura en el estado del arte observamos que a través de la técnica de Sputtering deposition se pueden manipular y controlar el flujo de las variables de mayor influencia como los son la temperatura y la presión de trabajo, por medio de los equipos que integran el reactor. En la figura 30 podemos observar los componentes cuyo sistema de funcionamiento radica en que a través de un termopar colocado en el reactor y la manipulación del control de temperatura logramos mantener una temperatura constante de 200°C misma que debe ser apagada antes de que inicie el proceso de depósito, y a 9000 rpm encendimos el control de flujo de gas para verificar el caudal de nuestro gas de trabajo, posteriormente se encendió la fuente de poder para crear el plasma deseado. De acuerdo con el proceso el baratrón nos ayuda a sostener una presión de trabajo constante o bien manipular su estado de acuerdo con lo que busquemos. Se apagan todas la fuentes y se cierra los flujos de gas, posteriormente se desconecta el baratrón y hasta que el vacío se pierda y lleguemos a la presión atmosférica normal a la par de que la muestra alcanza su temperatura ambiente es como lograremos retirar las muestras sometidas a proceso.

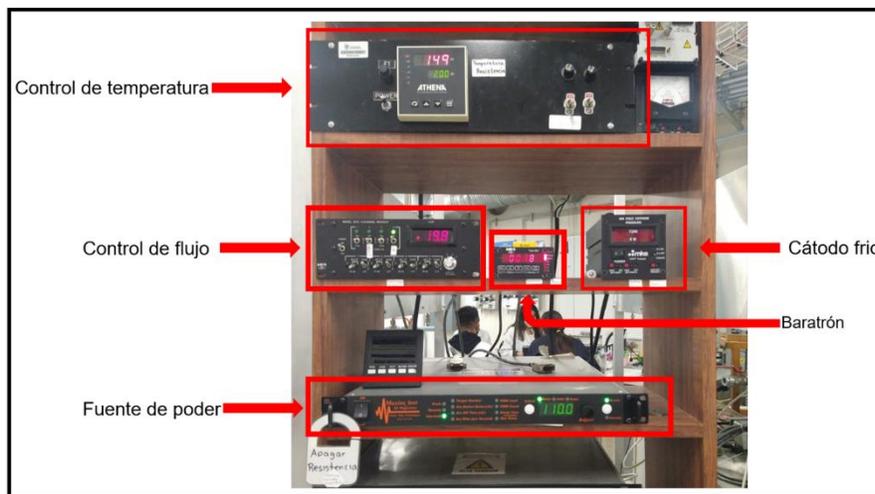


Figura 30 Componentes del reactor PVD. Controles

4.5 Depósito de la película delgada

A fin de obtener la arquitectura del recubrimiento deseado se realiza el siguiente proceso: la muestra es colocada justo arriba del magnetrón cuyo objetivo es titanio alrededor de 5 min, mientras la segunda capa de nitruro de titanio fue depositada a los 5 min con un caudal de 5sccm por 25 min. restantes, ambas capas fueron depositadas sobre un sustrato de acero inoxidable 316L. En la tabla 3 se describe cada paso que se siguió para obtener dichas películas.

Tabla 3 Etapas del proceso de deposición.

ETAPA	DESCRIPCIÓN
1. Preparación de los elementos	Es la colocación del objetivo de titanio sobre el magnetrón, así como sujetar el sustrato sobre el porta muestras, verificando la conductividad entre el magnetrón y el reactor con un multímetro para después sellar la compuerta
2. Acondicionamiento del reactor	Verificar que la válvula negra de presurizado, así como la naranja estén cerradas, luego de encender la bomba mecánica abrir la válvula naranja, esperar y observar las revoluciones alcanzadas, posteriormente encender la resistencia para calentar la muestra a 200° C.
3. Configuración de los parámetros	Abrir el flujo de gas Argón y encender el baratrón para supervisar la presión de deposición, manteniendo 9000 rpm, para conservar el gas reactivo y mantener el plasma durante el proceso
4. Limpieza del objetivo	La fuente de alimentación es encendida alrededor de 3 min, manteniendo el sustrato lejos del magnetrón con el propósito de limpiar las impurezas que puedan perjudicar el acabado superficial de la película depositada.
5. Proceso de deposición	La muestra es colocada sobre el magnetrón para depositar la primer capa de titanio. Posteriormente se abre el flujo del gas reactivo en este caso nitrógeno, y de esta manera es depositada la segunda capa de nitruro de titanio (ver figura 28), se manipulan las rpm para mantener una presión constante de 2 Pa. Cabe mencionar que el tiempo total de deposición es de 30 min.
6. Después del proceso de deposición	Finalmente, cuando termina el proceso de deposición se toman las variables finales para luego apagar la alimentación de corriente, el controlador de flujo y el baratrón, se modifican las rpm para llevar al reactor a un medio vacío y provocar que la muestra se enfríe y llegue así a temperatura ambiente, se apagan las bombas y se retira la muestra. Ver figura 29

En la figura 31 podemos observar el plasma cuando el flujo del gas reactivo fue abierto durante la deposición y la muestra colocada sobre el magnetrón. Recordemos que, de acuerdo a la literatura, las variables que generan el plasma no son controlables, por lo tanto, la colorimetría se basa en la atmosfera que es dada.



Figura 31 Muestra sobre magnetrón.

Finalizando el proceso de depósito se observa en la figura 32 la muestra recubierta con una tonalidad dorada, misma por la cual esta técnica de deposición también es usada para aplicaciones ornamentales.



Figura 32 Muestra recubierta

En la figura 33 se observan los sustratos recubiertos de acuerdo con las variaciones de proceso enlistadas en la tabla 4. Se produjeron recubrimientos de nitruro de titanio (TiN), con un blanco de Ti, con la muestra 1 a una presión inicial de 2 Pa., potencia de deposición de 110 W durante 5 min con Ar y posteriormente se aumentó a 150W, con un flujo de gas de N a 5 sccm y Ar a 20 sccm, este último por un tiempo de 25 min. La muestra 2 con una presión inicial de 2 Pa, potencia de 110 W durante los primero 5 min para ser aumentada a 150 W con un flujo de gas de N a 5 sccm y Ar a 20 sccm durante los mismos 25 min. Y finalmente la muestra 3 con una presión inicial de 1.8 Pa, 110 W de potencia aumentando a los 5 min a 150 W con un flujo de gas de N a 5 sccm y Ar a 20 sccm por 25 min. Todas con un tiempo de limpieza de 3 min con Ar. Las películas fueron depositadas con las mismas condiciones, con el objetivo de obtener resultados comparables.



Figura 33 Sustratos de acero inoxidable 316L después de ser depositados con Ti/TiN por PVD.

En la tabla 4 se presentan las variables de proceso.

Tabla 4 Parámetros de deposición.

Parámetros	
Sustrato	316L
Temperatura de Sustrato	200°
Presión Inicial	8.7×10^{-4} torr
Presión de trabajo	2 Pa
Ar	20 sccm
N	5 sccm
Fuente de Poder	150 w
Objetivo	TiN
Tiempo de deposición	30 min

4.6 Caracterización Estructural

Se analizó el acabado superficial de las muestras utilizando un microscopio óptico modelo Olympus PMG 3 (ver figura 34) localizado en Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, Campus Estado de México, con el objetivo de observar y localizar asperezas y topografía de las películas delgadas obtenidas. También fue utilizado después de la prueba de indentación para verificar la norma VDI 3198 y determinar la resistencia de adherencia entre el recubrimiento y el sustrato. Así como las huellas de desgaste posterior a las pruebas tribológicas, tanto en el balín de acero cromado como en las muestras analizadas.



Figura 34 Microscopio Óptico

Las películas de TiN se analizaron posteriormente mediante microscopio electrónico de barrido utilizando un equipo JEOL JSM-6360LV (ver figura 35) para obtener la morfología, la composición elemental de la superficie mediante espectroscopia de energía dispersiva (EDS) en vía húmeda y vía seca, en el sustrato pulido y recubierto.



Figura 35 Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

4.7 Caracterización Mecánica

Se realizaron pruebas de adherencia utilizando un durómetro para ensayos tipo Rockwell marca Louis Small (ver Figura 37) con una punta de diamante y una carga de 150 kg sobre las muestras recubiertas bajo la norma VDI 3198 para determinar la capacidad de adherencia de las películas delgadas hacia el sustrato, como se observa en la figura 36.

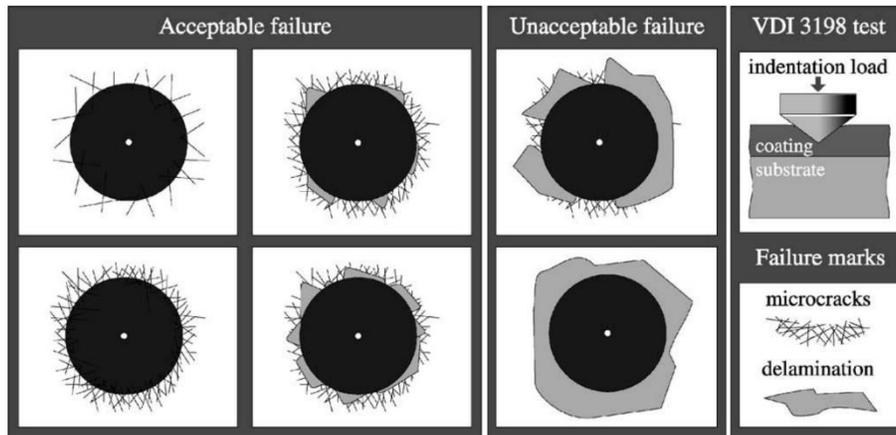


Figura 36 Norma VDI 3198

Dentro de los ensayos destructivos este es usado para materiales compuestos revestidos cuyo recubrimiento puede tener una ruptura debido a la deformación en el sustrato. En el microscopio óptico se puede observar la huella de indentación, así como su periferia para analizar las propiedades de la película delgada en base a los parámetros de deposición establecidos.



Figura 37 Durómetro para ensayos tipo Rockwell marca Louis Small. De lado izquierdo se observa la carga aplicada a una de las muestras.

4.8 Caracterización Tribológica

El comportamiento tribológico de las muestras se analizó a través del ensayo tribológico de “pin-on-disk” con un pin de acero cromado de 6 mm (AISI 52100). (Ver figura 38). Todas las pruebas se realizaron bajo el método de prueba estándar ASTM G99 [66] que es un método de prueba para ensayos de desgaste con una máquina pin-on-disk. Estas se realizaron sobre sustratos de acero inoxidable 316L recubiertos y sin recubrir para estudiar y comparar el efecto de deslizamiento en la misma geometría circunferencial, con una longitud de carrera de 200 m y una carga de 5N en vía

húmeda y en vía seca utilizando agua miliq para simular los fluidos biológicos con el fin de probar el desempeño y durabilidad del implante.

Mediante la prueba de desgaste pin-on-disk se recopiló información sobre el coeficiente de fricción (COF) de cada una de las películas de Ti/TiN y se graficó contra la distancia carrera de cada una de las muestras analizadas en la prueba tribológica de desgaste permitiéndonos apreciar el comportamiento y la comparación entre las huellas tribológicas tanto de las muestras como del pin bajo las condiciones dadas, ya sea en vía seca o en vía húmeda. [67]

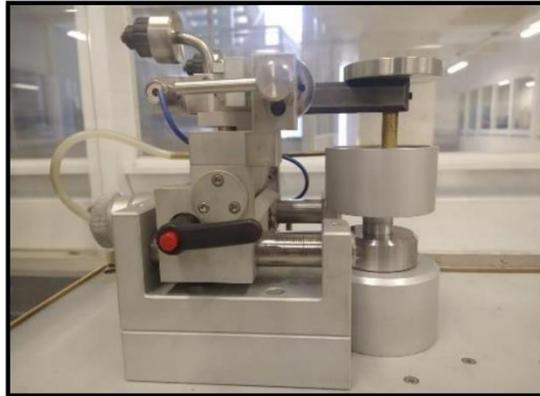


Figura 38 Tribómetro. Prueba pin-on-disk

5. Análisis de resultados

En este apartado se presenta el análisis de los resultados obtenidos después de someter las muestras a caracterización microestructural, por medio del microscopio electrónico de barrido (SEM) en la técnica de análisis de dispersión de energía (EDS) y el mapeo por elementos, así como caracterización mecánica a través de la prueba de adhesión sustentada en la norma VDI 3198 y con imágenes a través del microscopio óptico (MO) y microscopio electrónico de barrido (SEM), para finalizar con una caracterización tribológica en la técnica pin-on-disk para determinar las propiedades de las películas en fricción y desgaste. Con el objetivo de comparar las propiedades estructurales, mecánicas y tribológicas bajo condiciones dadas.

5.1 Morfología y Composición química.

La muestra 4 de acero inoxidable 316L sin recubrir, fue observada a través del microscopio electrónico de barrido (SEM) para analizar su topografía, composición química y mapeo de elementos presentes en el sustrato. Como podemos ver en la figura 39 a) Presenta una imagen a 1000x aumentos observando un rayado propio de la preparación de la muestra. b) Gráfico que muestra el análisis de dispersión de energía de los elementos en el sustrato de acero inoxidable, confirmando la presencia de Cromo, Hierro, Níquel, Molibdeno y Manganeso.

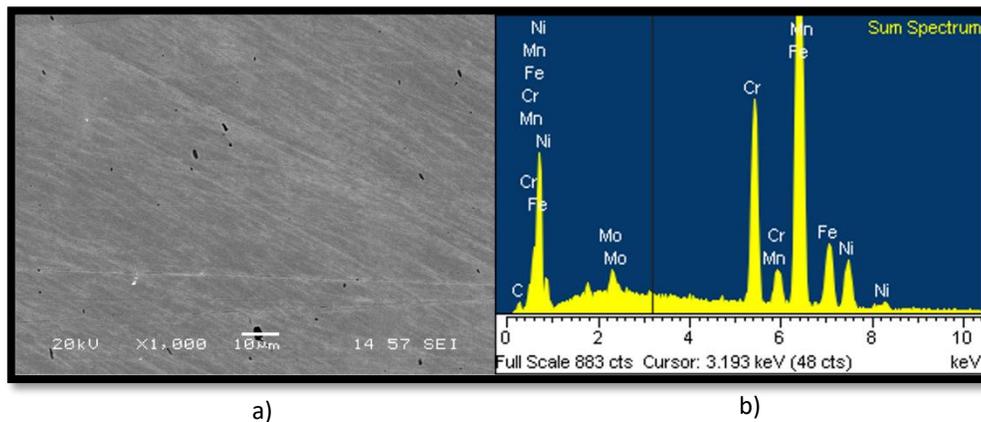


Figura 39 a) Morfología de la superficie del sustrato. b) Análisis de dispersión de energía de los elementos en el sustrato de acero inoxidable 316L.

Como parte del análisis de la superficie, a través de la técnica de mapeo elemental se determinó la composición en peso de los elementos presentes en la muestra de acero inoxidable 316L. En la figura 40 se observa el mapeo elemental de la muestra 4, presentando un alto porcentaje de Hierro, Cromo y Níquel confirmando la composición química mencionada en la literatura.

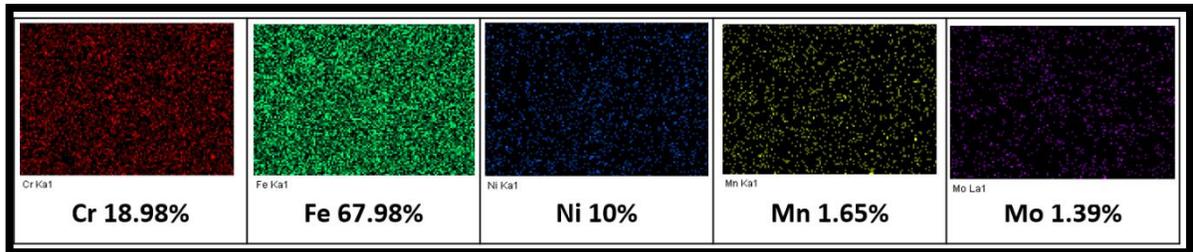
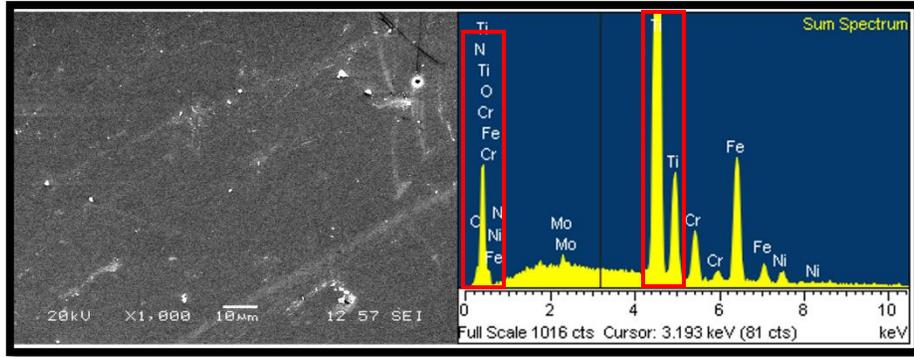


Figura 40 Mapeo Elemental de la superficie del acero inoxidable 316L.

Las imágenes obtenidas con MEB en donde se puede observar la muestra después del proceso de deposición a través de la técnica de Reactive Magnetron Sputtering con una película delgada de nitruro de titanio se muestra en la figura 41.

En la figura 41 a) Se observa una imagen de la morfología de la superficie recubierta a 1000x aumentos con escasas asperezas y puntos de delaminación. b) Grafico obtenido por el análisis de composición química del recubrimiento a través de la técnica de dispersión de energía mostrando el N y Ti como los elementos que componen el recubrimiento de nitruro de titanio. De esta manera se puede generar una comparación entre el sustrato antes y después de ser depositada tanto en su composición química, como en el acabado superficial presente.



a)

b)

Figura 41 a) Morfología de la superficie de la muestra recubierta con Ti/TiN. b) Análisis de dispersión de energía

Mediante la técnica de mapeo elemental se comprobó la presencia de Nitrógeno y Titanio como principales elementos dentro de la composición del recubrimiento de Nitruro de Titanio depositado sobre acero inoxidable, destacando que la señal de Ni y Fe se ve disminuida debido a la existencia del recubrimiento de TiN, ya que este impide que llegue la señal completa, es decir, la composición química del sustrato está intacta, recordando que una de las características de las modificaciones superficiales es mejorar las propiedades mecánicas del material sin modificar su composición. En la figura 42 observamos los elementos presentes en el sustrato recubierto.

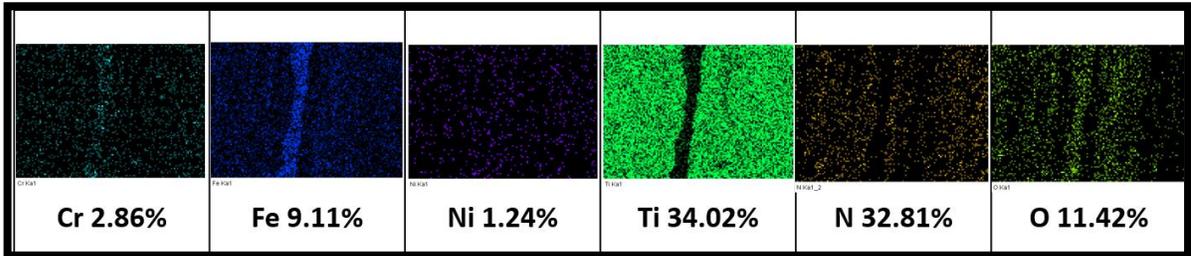


Figura 42 Mapeo elemental del sustrato recubierto con Ti/TiN.

En la figura 43 se muestran las imágenes MEB del espesor obtenido en la película de Ti/TiN depositada en el sustrato de acero inoxidable tomada a 15000x y 20000x aumentos. Fue encontrado un espesor de entre 932 nanómetros y 1.02 μm . Coincidiendo con la literatura que señala que el espesor de una película delgada es inferior a 1 μm .

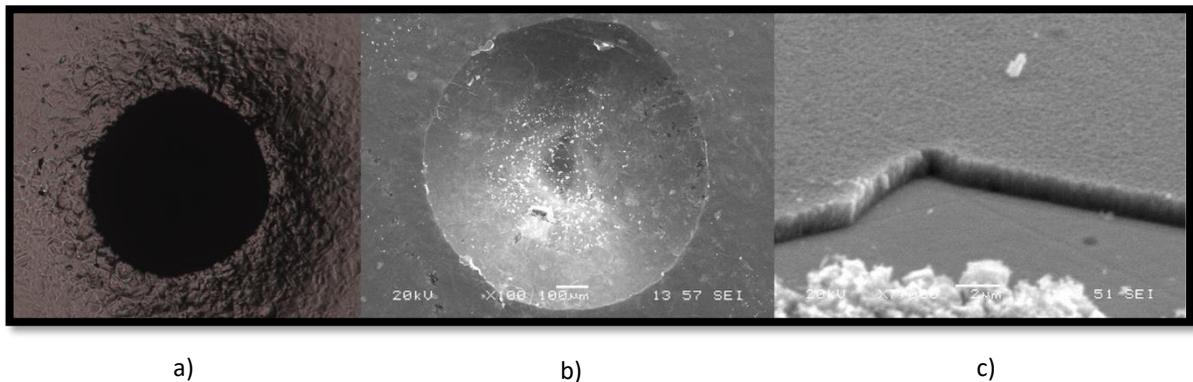


Figura 43 Espesor del recubrimiento de Nitruro de Titanio.

5.2 Prueba de adhesión

Basándonos en la prueba de adhesión, la cual consta de una indentación realizada por un durómetro con cierta carga establecida, se genera una huella en cuya periferia se puede observar y analizar el comportamiento de la película en cuanto a su resistencia a la adhesión. De acuerdo con la norma VDI 3198 se habla de una película con buena adherencia cuando sólo existe un cizallamiento en el contorno de la huella, a diferencia de la delaminación la cual es la fractura y el desprendimiento de la película en una periferia mayor de lo aceptable

La figura 44 muestra la huella de indentación en la muestra 1, obtenida a partir de aplicar la norma VDI 3198 vista en microscopio óptico (MO). a) Podemos observar de acuerdo con la geometría de contacto aunado al cizallamiento causado por la intensa transferencia de carga, la película soportó las tensiones y evito la delaminación en la circunferencia de la huella. Mientras que las grietas radiales nos indican una adherencia fuerte, es cierto que su fragilidad es existente. b) Observamos que la muestra tomada a 100x aumentos que fue analizada en el microscopio electrónico de barrido (SEM), siendo más notorio los escasos puntos de delaminación, sin embargo, hay una buena resistencia en el contorno de la huella, lo cual nos permite asegurar la buena capacidad de adherencia de la película de nitruro de titanio bajo estos parámetros de deposición, c) Se observa el espesor obtenido en dicha muestra.



a)

b)

c)

Figura 44 Huella de indentación sobre recubrimiento de TiN en muestra 1. a) En Óptico, b) en MEB, c) Espesor

A diferencia de la muestra 3, la cual después de ser sometida a la prueba de adhesión podemos observar en la figura 45 a) La imagen tomada en microscopio óptico (MO) presenta un notorio cizallamiento en el contorno de la huella aunado a una delaminación visible. b) Se puede observar en la imagen tomada a 85x aumentos, en la parte superior derecha una notoria delaminación e incluso una mínima parte de la superficie del sustrato de acero inoxidable 316L. c) Se observa un espesor sutilmente superior a una micra en la película delgada, mostrando que para la aplicación deseada, la magnitud del espesor tiene injerencia en las propiedades mecánicas.

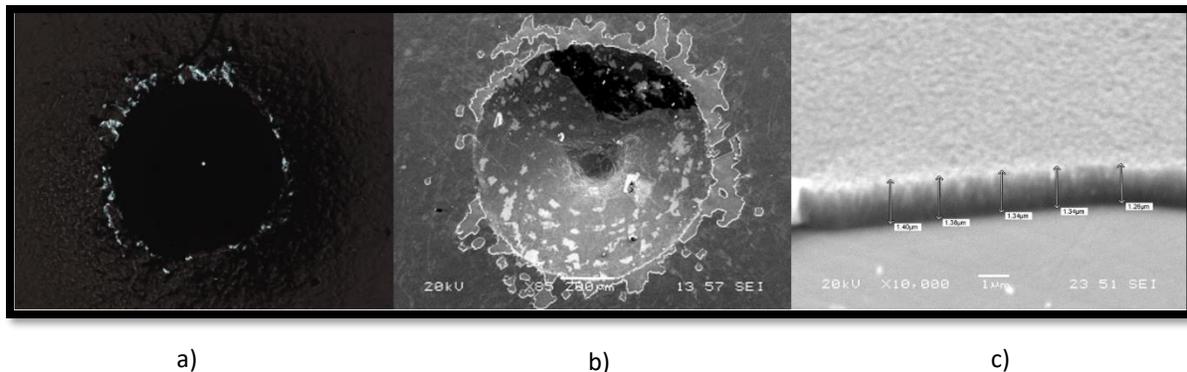


Figura 45 Huella de indentacion en muestra 3. a) en Microscopio Óptico, b) MEB, c) Espesor

5.3 Pruebas Tribológicas

5.3.1 Prueba Tribológica en vía seca

Se sometió la muestra 5 de acero inoxidable 316L a una prueba de desgaste en el tribómetro bajo la técnica pin-on-disk en vía seca con el objetivo de generar un comparativo entre las propiedades tribológicas bajo condiciones en seco y húmedo. Con los parámetros establecidos en la tabla 5.

Tabla 5 Parámetros de prueba de desgaste para acero 316L en vía seca.

ADQUISICIÓN	MUESTRA	PAR TRIBOLÓGICO	AMBIENTE
Radio: 6.02 (mm) Velocidad lineal: 0.08 (m/s) Carga normal: 2 N Carrera: 200 (m) Tasa de frecuencia: 4.0 (Hz)	Sustrato: 316L	Capa: 316L Sustrato: acero Diámetro: 6.00 (mm) Geometría: bola	Temperatura: 19°C Húmedad: 64%

De acuerdo con el comportamiento del material en contacto con el par tribológico, bajo las condiciones dadas es visible en el gráfico 1 de la curva de contacto durante el rodaje un incremento 2 a 1 entre la fuerza de fricción y el coeficiente de fricción, sin dejar a un lado la profundidad de penetración considerable en el sustrato; la muestra entró a un estado estacionario después de los 170 m demostrando su mínima resistencia al desgaste y deduciendo en la importancia del conjunto entre un recubrimiento y un lúbricamente para facilitar el deslizamiento de las superficies en contacto.

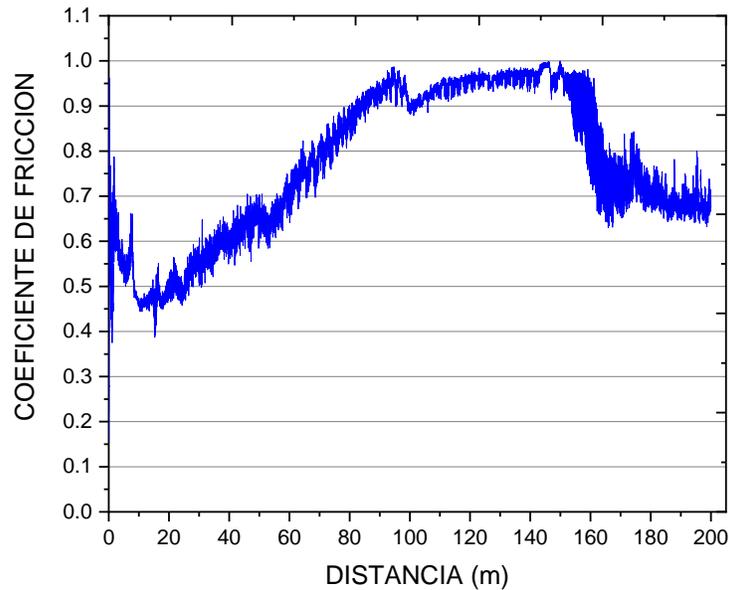


Gráfico 1 Curva de contacto de rodaje de acero 316L en vía seca.

Los resultados obtenidos en el gráfico anterior son notorios en la figura 46 donde se muestra la imagen obtenida por microscopio electrónico de barrido (SEM) a 110x aumentos se observa una pista tribológica con visible profundidad debido a la ausencia de un recubrimiento y un lubricante que brinde un mejor deslizamiento en el contacto de rodaje. De igual manera podemos comprobar la fuerza y el coeficiente de fricción que deja en el surco durante el rodaje.

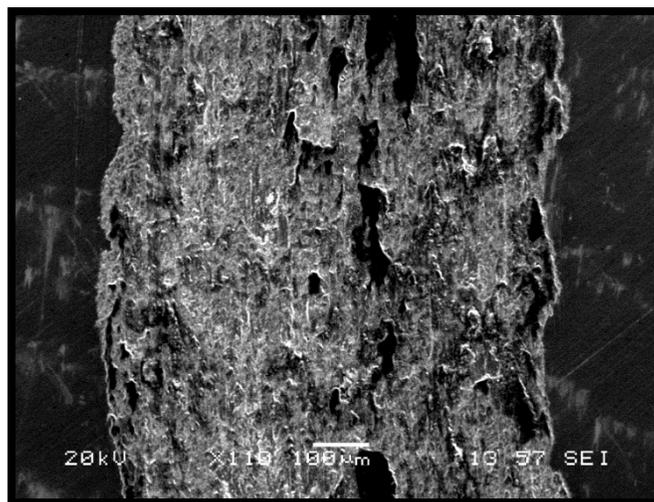


Figura 46 Huella tribológica de acero 316L en vía seca

Se observa que en las imágenes dentro de la figura 47, arrojadas por el MO que los resultados en la prueba en vía seca con el sustrato sin recubrir mostrando un balín con rayas definidas sin embargo poco uniformes, en comparación con la muestra con la película, donde a pesar de no tener un lubricante se observan rayas definidas y uniformes debido al desgaste uniforme dado por el mismo recubrimiento.

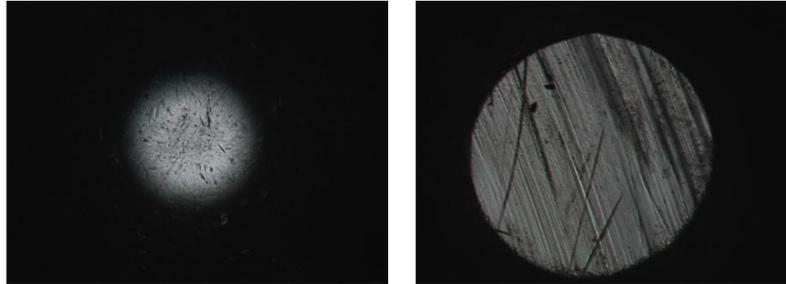


Figura 47 Balín de acero cromado sobre acero 316L en vía seca.

En comparación con el sustrato 316L depositado con nitruro de titanio, en la prueba pin-on-disk cuyos parámetros observamos en la tabla 6.

Tabla 6 Parámetros de la prueba de desgaste en acero 316L con Ti/TiN en vía seca

ADQUISICIÓN	MUESTRA	PAR TRIBOLÓGICO	AMBIENTE
Radio: 6.02 (mm) Velocidad lineal: 0.08 (m/s) Carrera: 200 (m) Carga Normal: 2 N Tasa de frecuencia: 4.0 (Hz)	Capa: Ti TiN Sustrato: 316L	Capa: Ti TiN Sustrato: acero Diámetro: 6.00 (mm) Geometría: bola	Temperatura: 19°C Húmedad: 64%

Como se observa en el gráfico 2, la curva de contacto de rodaje se mantiene pronunciada debido a la incidencia de las fuerzas de fricción, para finalmente alcanzar un estado estacionario a partir de los 160 m de carrera. Destacando que el comportamiento del coeficiente de fricción permanece por encima de 0.7 los primeros 160 m de rodaje.

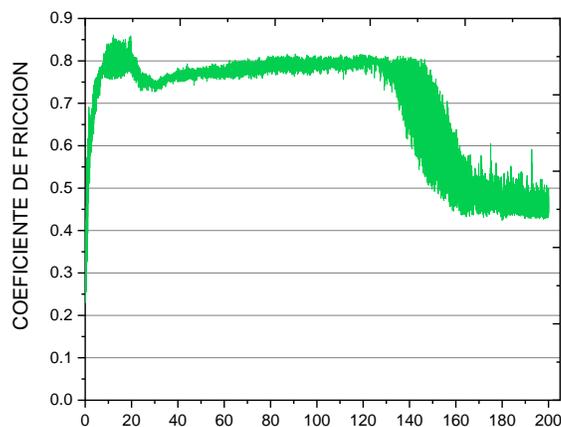


Gráfico 2 Curva de comportamiento del COF sobre Ti/TiN en vía seca.

Lo anterior se ve presente en la figura 48 donde se muestra la huella tribológica obtenida por microscopio electrónico de barrido (SEM) a 120x y 500x aumentos respectivamente. Observando una pista con surcos provocados por la delaminación del recubrimiento, al no existir un lubricante que interfiera en el contacto entre el balín y el sustrato y por lo tanto el deslizamiento es complicado, dando lugar a un mayor coeficiente de fricción debido a la fuerza empleada.

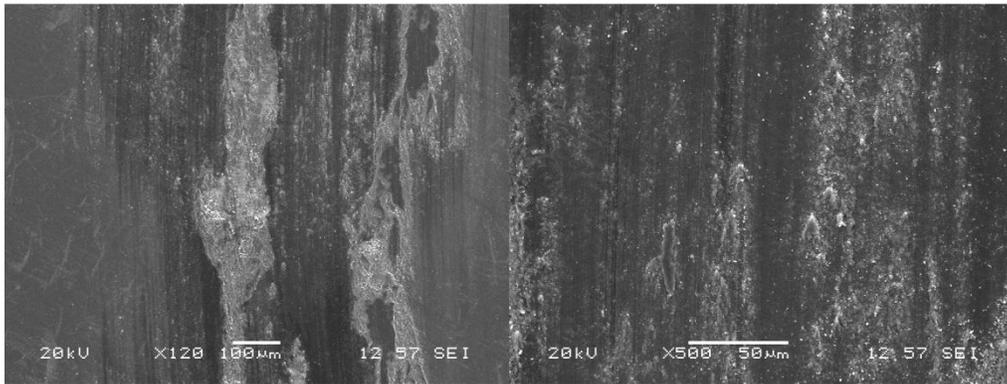


Figura 48 Huella tribológica de acero con Ti/TiN en vía seca.

Analizando al par tribológico que fue sometido en esta prueba podemos observar en la figura 49 que después de la prueba son visibles las líneas uniformes semejantes a surcos causadas por la fuerza de fricción entre ambos metales. Esta muestra presenta un coeficiente de fricción inferior a la prueba anterior debido a que la película delgada mejoró la rugosidad en el acabado superficial de la muestra y por lo tanto el deslizamiento entre ambos metales fue mejor.

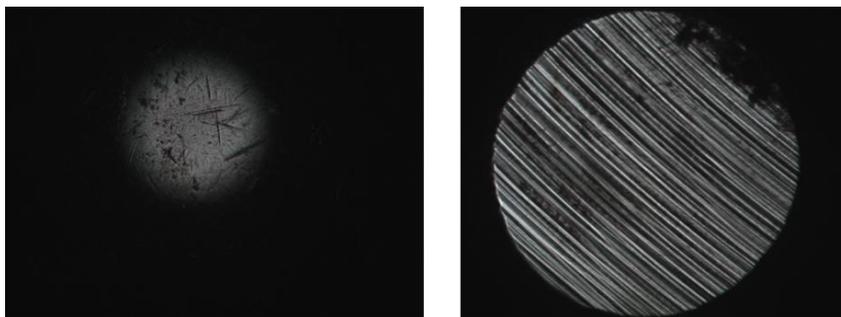


Figura 49 Balin de acero cromado sobre acero 316L con Ti/TiN en vía seca

5.3.2 Prueba tribológica en condiciones de humedad

Mediante la prueba de desgaste pin-on-disk se recopiló información sobre el coeficiente de fricción (COF) de cada una de las películas de Ti/TiN, así como de dos sustratos, y se graficó contra la distancia carrera de cada una de las muestras analizadas en la prueba tribológica de desgaste permitiéndonos apreciar el comportamiento y la comparación entre las huellas tribológicas tanto de las muestras como del pin de acero cromado de 6 mm (AISI 52100) bajo las condiciones dadas, en este apartado, en condiciones de humedad.

En la tabla 7 podemos observar los parámetros empleados en la muestra 4 para realizar la prueba en el sustrato de acero inoxidable 316L en vía húmeda. Cabe mencionar que el uso de agua MilliQ es con el objetivo de asemejar los fluidos biológicos y en contacto con la película delgada bajo un proceso de fricción.

Tabla 7 Parámetros de prueba tribológica en acero 316L en vía húmeda

ADQUISICIÓN	MUESTRA	PAR TRIBOLÓGICO	AMBIENTE
Radio: 6.02 (mm) Velocidad lineal: 0.08 (m/s) Carga normal: 2 N Carrera: 200 (m) Tasa de frecuencia: 4.0 (Hz)	Sustrato: 316L	Capa: 316L Sustrato: acero Diámetro: 6.00 (mm) Geometría: bola	Temperatura: 19°C Húmedad: 100% Lubricante: Agua MilliQ Volumen: 25 ml Aplicación: capa

Manifestado en el gráfico 3 arrojado por el software del tribómetro, podemos ver la fuerza de fricción, el coeficiente de fricción y la profundidad de penetración durante la carrera de 200 m. y en base a la gráfica de contacto durante el rodaje podemos notar la curva por la que pasa, de un estado donde asume su máximo coeficiente de fricción hasta alcanzar el estado estacionario a partir de los 150 m., los picos presentes en la curva se deben a las asperezas que en el paso del rodaje va arrastrando hasta ser expulsadas de la circunferencia de prueba.

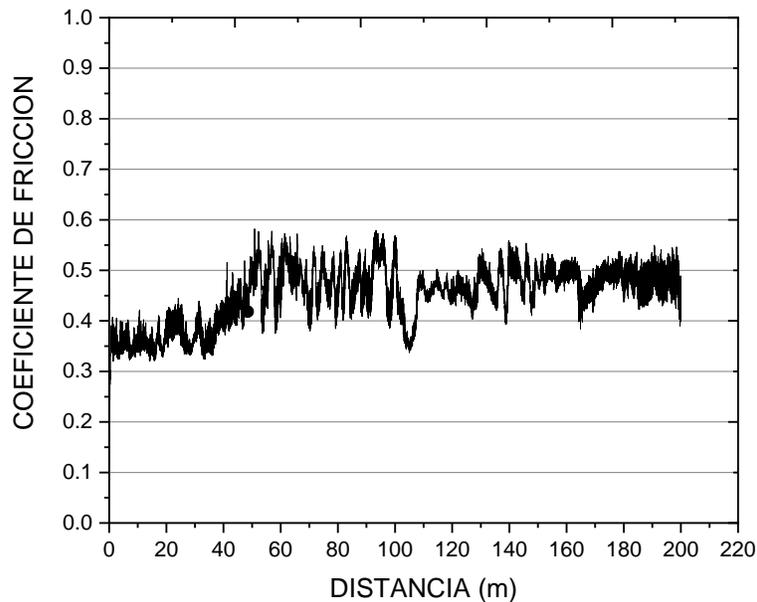


Gráfico 3 Curva de contacto de rodaje acero 316L en vía húmeda.

Después de que la muestra fue sometida a la prueba de desgaste se analizó en el microscopio electrónico de barrido (SEM) para obtener imágenes del comportamiento del sustrato y del balín mientras estuvieron en contacto. Como podemos observar en la figura 50, hay un desgaste notorio en el acabado superficial de la muestra, entendiéndose la influencia de la fuerza de fricción entre el sustrato y el pin debido a la rugosidad de la muestra, la ausencia de un recubrimiento y la presencia de un lubricante.

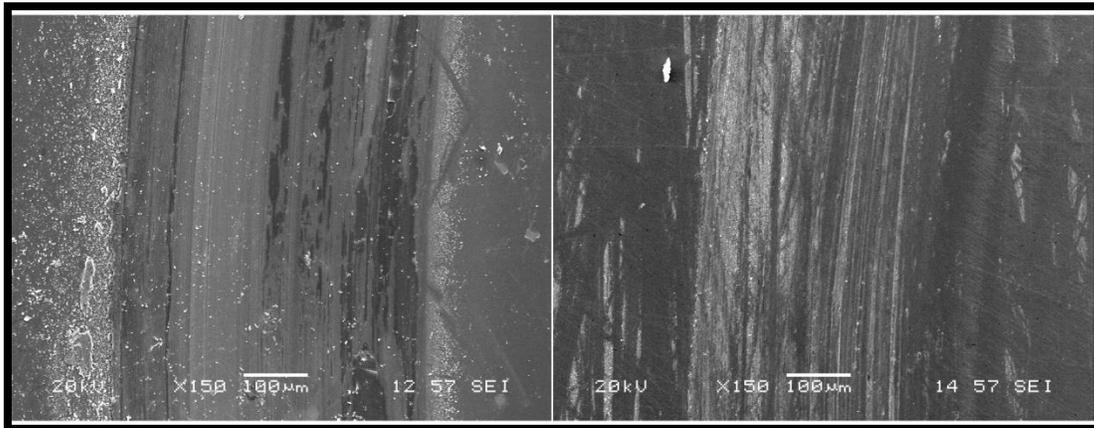


Figura 50 Huella tribológica en acero inoxidable 316L en vía húmeda.

En contra parte, también se analizó el pin de acero cromado, ya que en este se ve reflejado el comportamiento del sustrato con sólo la interferencia de un lubricante. Observando un desgaste notorio aunado a una penetración profunda, después del rodaje. Ver figura 51.

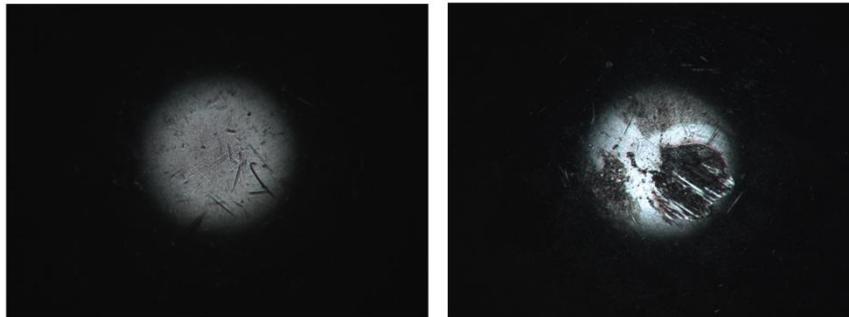


Figura 51 Balín de acero cromado sometido a pin-on-disk en vía húmeda sin recubrir.

En comparación con la prueba realizada sobre el sustrato recubierto con una película delgada de nitruro de titanio, en las mismas condiciones de humedad, cuyos parámetros podemos observar en la tabla 8, así como el gráfico 4 que muestra la curva de contacto de rodaje entre el sustrato recubierto y el pin de acero cromado.

Tabla 8 Parámetros de prueba de desgaste para acero 316L con Ti/TiN.

ADQUISICIÓN	MUESTRA	PAR TRIBOLÓGICO	AMBIENTE
Radio: 6.02 (mm) Velocidad lineal: 0.08 (m/s) Carrera: 200 (m) Carga Normal: 2 N Tasa de frecuencia: 4.0 (Hz)	Capa: Ti TiN Sustrato: 316L	Capa: Ti TiN Sustrato: acero Diámetro: 6.00 (mm) Geometría: bola	Temperatura: 19°C Húmedad: 100% Lubricante: Agua MilliQ Volumen: 25 ml Aplicación: capa

De acuerdo con la imagen del gráfico 4 obtenido, podemos notar una mejor uniformidad, gracias a la interferencia de la película delgada y la intervención del lubricante entre la muestra y el balín, por ende, los picos de la fuerza de penetración tienen menos despuntados y el estado estacionario se puede observar desde los 25 m de manera constante hasta terminar la carrera, dando lugar al probable aumento en la resistencia al desgaste y con ello mayor vida útil para la aplicación deseada.

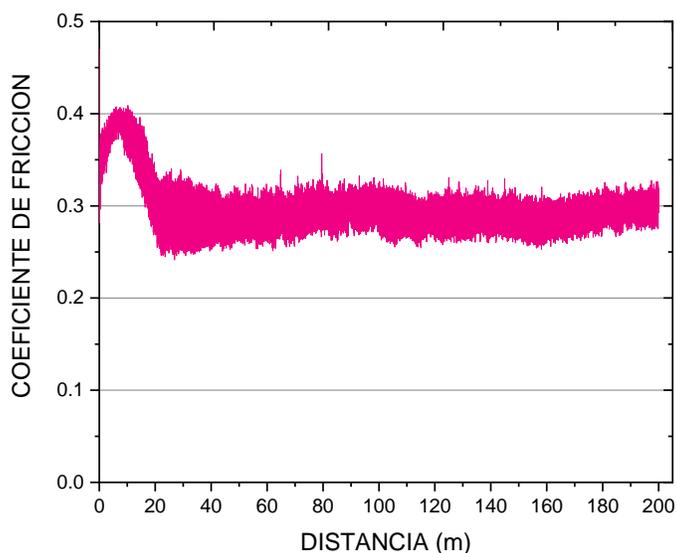


Gráfico 4 Curva de contacto de rodaje acero 316L con TiN en vía húmeda.

Se analizó la muestra 1 en microscopio electrónico de barrido (SEM) obteniendo las imágenes que se presentan en la figura 52, en las cuales observamos una huella tribológica con menor profundidad, mínima delaminación y un rayado uniforme, esto debido a la rugosidad en el acabado superficial, que permite un mayor deslizamiento entre el par tribológico.

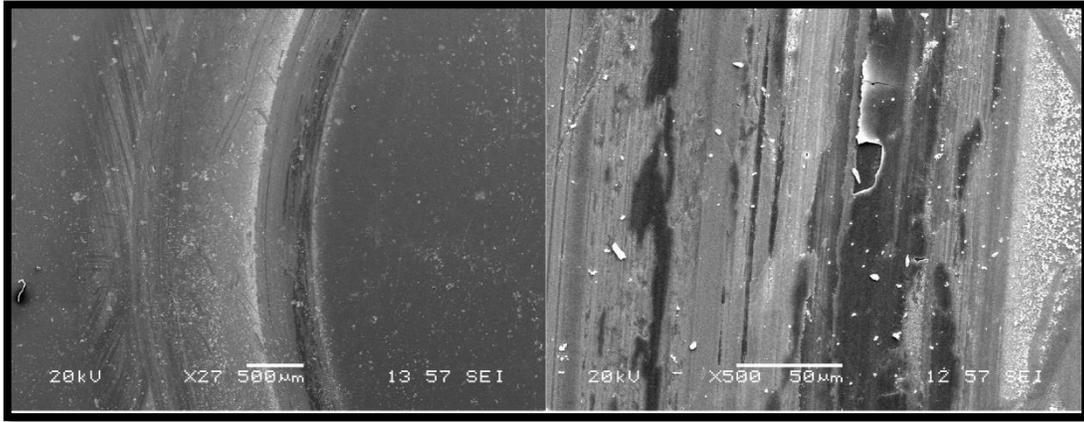


Figura 52 Huella tribológica en acero 316L con TiN.

Desde luego se analizó el par tribológico, en donde a diferencia de la prueba anterior la fuerza de fricción no causó mayor marca que unas rayas uniformes, sin golpes o penetración por el contacto durante el rodaje. En la figura 53 se observa a) el balín previo a la prueba, y b) el mismo después del rodaje.

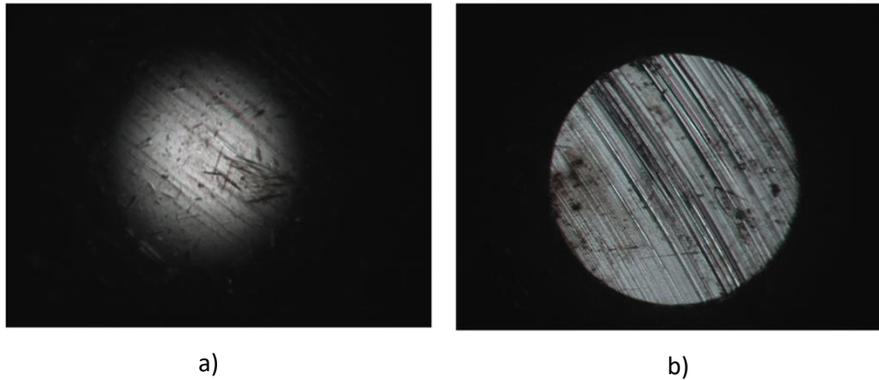


Figura 53 Par tribológico sobre acero 316L con TiN en vía húmeda.

Concluyendo así, que las mejores condiciones en vía húmeda se dieron bajo la deposición de la película delgada de nitruro de titanio, pues en su contraparte las marcas fueron visiblemente inferiores, sin dejar de mencionar su comportamiento durante el rodaje, pues el coeficiente de fricción a parte que fue inferior con la muestra recubierta tuvo un estado estacionario más controlado. A diferencia del sustrato sometido a la prueba el cual nos hizo ver que el uso exclusivo de un lubricante no es la mejor opción para conseguir una vida útil prolongada. Ver figura 54.

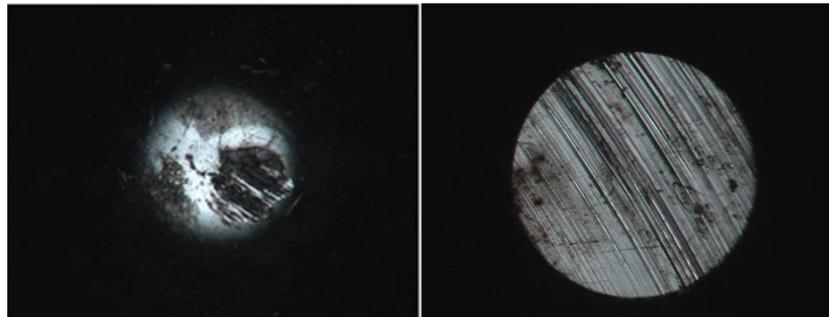


Figura 54 Comparación del par tribológico en vía húmeda después del rodaje.

5.4 Coeficiente de fricción

Este comportamiento es explicado debido a que durante el rodaje, a medida que se aplican fuerzas de fricción existe un desprendimiento de partículas en la superficie del sustrato, en donde cada vez que el proceso se repite hay una aglomeración de partículas, las cuales son arrastradas consumiendo parte de la carga e inhibiendo el contacto directo entre el sustrato y el balín, reduciendo tanto el desgaste como la fricción, hasta que estas son expulsadas de la pista de rodaje, inicia un nuevo ciclo. Por lo tanto, podemos observar en la gráfica 5, que hay un mayor COF en el acero 316L en vía seca a diferencia del acero 316L en vía húmeda debido a la magnitud de rugosidad presente en la superficie y a la falta de un recubrimiento, así como la diferencia en el uso de un lubricante, en este caso de agua miliq, por lo tanto, el sustrato termina por sufrir una severa deformación plástica de manera prolongada superior en vía seca que en condiciones húmedas.

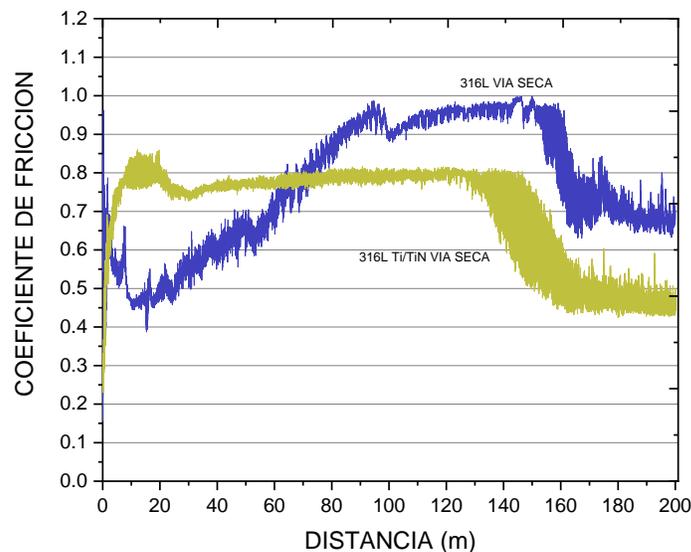


Gráfico 5 Curva comparativa de 316L y 316L con TiN en vía seca.

En el gráfico 6 el sustrato sin recubrir en vía húmeda muestra un comportamiento regular con picos de fricción debido a la falta de un recubrimiento, pues la rugosidad en la superficie brinda una mayor cantidad de veces en contacto con el balín, repitiendo constantemente un desprendimiento del acabado superficial. y desde luego poque mantiene un coeficiente de fricción menor a 0.6. A diferencia del sustrato recubierto con nitruro de titanio (Ti/TiN) en vía húmeda, ya que este posee una superficie con menor rugosidad superficial y a su vez cede al deslizamiento con apoyo del lubricante. Siendo este último el más apto para la aplicación propuesta.

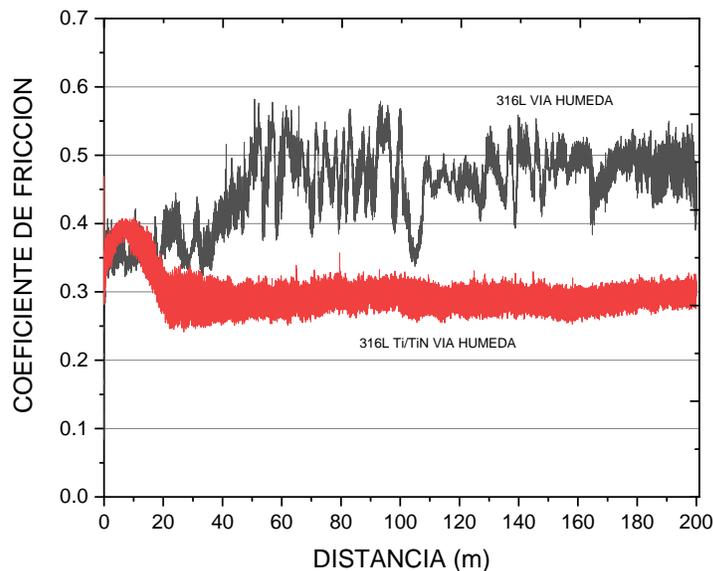


Gráfico 6 Curva comparativa de 316L y 316L con TiN en vía húmeda.

6. Conclusiones

De acuerdo con el proceso de depósito concluimos que las variables de presión, temperatura, potencia y tiempo son las de mayor influencia en el acabado superficial del sustrato ya depositado, brindando una película delgada homogénea, aceptable cuyas propiedades mecánicas y tribológicas fueron las deseadas y que a continuación se desglosan.

A través del microscopio electrónico de barrido se realizó la caracterización estructural, así como la composición química a través de la técnica EDS, observando las impurezas y topografía del acabado superficial del sustrato recubierto y no. Mientras la técnica EDS arrojó la composición química del sustrato evidenciando un alto porcentaje de Fe y Ni, comprobando que el alto porcentaje de Ni proporciona desventajas en cuanto a la biocompatibilidad del material para aplicación médica, sin embargo en el análisis de dispersión de energía sobre la muestra depositada, hallamos la disminución en la señal de Ni y Fe gracias a la interferencia del recubrimiento de nitruro de titanio, pues este impide que la señal de dichos materiales llegue completa. De esta manera las propiedades de la superficie son modificadas sin alterar la composición y propiedades del sustrato de acero inoxidable 316L.

Dentro de la caracterización mecánica, se observó a través del microscopio óptico la huella de indentación la cual arrojó un recubrimiento con aceptable falla, escasa delaminación sobre los bordes de la indentación al ser sometida a carga basados en la norma VDI 3198, teniendo una aceptable adherencia. Considerando que dicha muestra fue sometida también a una prueba en vía húmeda utilizando agua miliq como fluido semejante al fluido biológico. En comparación con la misma prueba en una muestra recubierta y en vía seca, la cual presentó una delaminación en la periferia de la huella, particularmente en el borde superior derecho donde incluso se percibe parte del sustrato.

Finalmente, dentro de las pruebas de desgaste, se observó un comportamiento tribológico esperado, al tener un menor COF (coeficiente de fricción) en vía húmeda y en una carrera de 200

m a diferencia del sustrato sin recubrir y en vía seca. Gracias a la rugosidad en el acabado superficial de la muestra con película de nitruro de titanio pues este brinda un mejor deslizamiento entre la fricción del par tribológico.

7. Trabajo Futuro

El trabajo a futuro para este proyecto sería:

- La realización de pruebas antibacterianas para generar argumentos ante la proliferación de bacterias que den como consecuencia a un rechazo del implante o bien una infección difícil de controlar, de esta manera podemos dejar únicamente a razones biológicas el motivo por el cual no se pueda utilizar un implante con este tipo de recubrimiento.
- Realizar otras técnicas de caracterización para tener datos específicos sobre propiedades como dureza y rugosidad.
- Someter muestras de Ti6Al4V con los mismos parámetros a pruebas tribológicas, y analizar si existe un cambio visible en cuanto a sus propiedades tribológicas, así como mecánicas.
- Probar otro fluido como saliva, para estudiar si influye en pruebas tribológicas pin-on-disk.

8. Referencias.

Uncategorized References

- [1] S. B. Gómez, "Modificación superficial de biomateriales metálicos (316 LVM y Ti6A14V) mediante granallado, agua a alta presión y "laser peening": efecto en la microestructura, las propiedades mecánicas y la liberación de iones," 2014.
- [2] M. P. Michel Dufor, *Biomecánica Funcional. Miembros, cabeza, tronco.*, 2da Edición ed. 2006.
- [3] E. Marchetti, O. May, J. Girard, H. F. Hildebrand, H. Migaud and G. Pasquier, "Biomateriales en cirugía ortopédica," *EMC - Técnicas Quirúrgicas - Ortopedia y Traumatología*, vol. 2, no. 3, pp. 1-24, 2010. [https://doi.org/10.1016/S2211-033X\(10\)70083-9](https://doi.org/10.1016/S2211-033X(10)70083-9).
- [4] A. P. González, J. D. Heredia, S. M. Marco, J. L. Á. Lafuente, M. G. Navlet and M. A. R. Ibán, "Anatomía del codo para el cirujano artroscopista," Septiembre 2018.
- [5] F. S. Silberman, "Ortopedia y Traumatología " vol. 3era. Edición p. 3, 2010.
- [6] M. E. Morrey, B. F. Morrey, J. Sanchez-Sotelo, J. D. Barlow and S. O'Driscoll, "A review of the surgical management of distal humerus fractures and nonunions: From fixation to arthroplasty," (in eng), *J Clin Orthop Trauma*, vol. 20, p. 101477, 2021. 10.1016/j.jcot.2021.101477.
- [7] K. Schmidt-Horlohé, S. Siebenlist, U. Stöckle and R. Hoffmann, "[Distal humeri fractures]," (in ger), *Z Orthop Unfall*, vol. 149, no. 1, pp. 95-108; quiz 109-10, 2011. 10.1055/s-0030-1270744.
- [8] I. M. S. Social, "Anuario Estadístico de Salud en el trabajo," p. 7, 2006.
- [9] S. Antuña and V. Vallina, "Artroplastia de codo: diseño, indicaciones y resultados," *Revista de Ortopedia y Traumatología*, vol. 50, no. 1, pp. 55-67, 2006. [https://doi.org/10.1016/S0482-5985\(06\)74934-3](https://doi.org/10.1016/S0482-5985(06)74934-3).
- [10] B. S. Schoch, J. D. Werthel, J. Sánchez-Sotelo, B. F. Morrey and M. Morrey, "Total elbow arthroplasty for primary osteoarthritis," (in eng), *J Shoulder Elbow Surg*, vol. 26, no. 8, pp. 1355-1359, 2017. 10.1016/j.jse.2017.04.003.
- [11] S. Kumar and S. Mahanta, "Primary total elbow arthroplasty," (in eng), *Indian J Orthop*, vol. 47, no. 6, pp. 608-14, 2013. 10.4103/0019-5413.121592.
- [12] L. Peter Müller, S. Kamineneni, P. Maria Rommens and B. F. Morrey, "Prótesis total de codo primaria en fracturas del húmero distal," *Técnicas Quirúrgicas en Ortopedia y Traumatología*, vol. 15, no. 1, pp. 24-41, 2006.
- [13] A. J. Tande and R. Patel, "Prosthetic joint infection," (in eng), *Clin Microbiol Rev*, vol. 27, no. 2, pp. 302-45, 2014. 10.1128/cmr.00111-13.
- [14] J. J. A. Correa, "Efectos de las modificaciones obtenidas mediante anodizado de aleaciones de titanio en la adherencia bacteriana y la osteointegración para la prevención de las infecciones de prótesis articular," 2018.
- [15] J. Ariza, G. Euba and Ó. Murillo, "Infecciones relacionadas con las prótesis articulares," *Enfermedades Infecciosas y Microbiología Clínica*, vol. 26, no. 6, pp. 380-390, 2008. <https://doi.org/10.1157/13123843>.
- [16] P. Trisha, B. Kirsty, D. Michelle and C. Peter, "Management of Prosthetic Infection According to Organism," in *Arthroplasty*, K. Plamen, Ed. Rijeka: IntechOpen, 2013, p. Ch. 23.
- [17] S. S. Kaplan, R. P. Heine and R. L. Simmons, "Defensins impair phagocytic killing by neutrophils in biomaterial-related infection," (in eng), *Infect Immun*, vol. 67, no. 4, pp. 1640-5, 1999. 10.1128/iai.67.4.1640-1645.1999.
- [18] M. Otto, "Staphylococcus epidermidis--the 'accidental' pathogen," (in eng), *Nat Rev Microbiol*, vol. 7, no. 8, pp. 555-67, 2009. 10.1038/nrmicro2182.

- [19] A. Agüero, "Ingeniería de superficies y su impacto medioambiental," *Revista de Metalurgia*, vol. 43, 2007.
- [20] "Chapter 4 Tribological Properties of Coatings," in *Tribology Series*, vol. 28, K. Holmberg and A. Matthews, Eds.: Elsevier, 1994, pp. 125-256.
- [21] D. D. Kumar, N. Kumar, S. Kalaiselvam, S. Dash and R. Jayavel, "Micro-tribo-mechanical properties of nanocrystalline TiN thin films for small scale device applications," *Tribology International*, vol. 88, pp. 25-30, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2015.02.031>.
- [22] W. R. Wagner, "Appendix D - The Biomaterials Literature," in *Biomaterials Science (Fourth Edition)*, W. R. Wagner, S. E. Sakiyama-Elbert, G. Zhang, and M. J. Yaszemski, Eds.: Academic Press, 2020, pp. 1533-1536.
- [23] O. O. Ige, L. E. Umoru and S. Aribó, "Natural Products: A Minefield of Biomaterials," *ISRN Materials Science*, vol. 2012, p. 983062, 2012. 10.5402/2012/983062.
- [24] L. G. Donaruma, "Definitions in biomaterials, D. F. Williams, Ed., Elsevier, Amsterdam, 1987, 72 pp," *Journal of Polymer Science: Polymer Letters Edition*, vol. 26, pp. 414-414, 1988. 10.1002/pol.1988.140260910.
- [25] G. Duffo, "Materiales y Materias Primas," p. 9, 2011.
- [26] L. L. Hench, "Bioceramics," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 81, no. 7, pp. 1705-1728, 1998. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1998.tb02540.x>.
- [27] R. L. Reis, N. M. Neves, J. F. Mano, M. E. Gomes, A. P. Marques and H. S. Azevedo, *Natural-based polymers for biomedical applications*. Elsevier, 2008.
- [28] R.-b. Song, J.-y. Xiang and D.-p. Hou, "Characteristics of Mechanical Properties and Microstructure for 316L Austenitic Stainless Steel," *Journal of Iron and Steel Research International*, vol. 18, no. 11, pp. 53-59, 2011. 10.1016/S1006-706X(11)60117-9.
- [29] B. P. Rojo, "Biomateriales. Aplicacion a Cirugia Ortopedica y Traumatologia " 2010.
- [30] S. CAMERO, I. TALAVERA, G. GONZÁLEZ, R. RÉQUIZ, A. ROSALES, M. SUÁREZ *et al.*, "Estudio de la corrosión de una aleación Ti6Al4V utilizada como biomaterial," *Revista de la Facultad de Ingeniería Universidad Central de Venezuela*, vol. 23, pp. 27-34, 2008.
- [31] D. R. Rius, "Obtencion de capas de NiT mediante tratamiento termoquimico en titanio y Ti6Al4V y caracterización de sus propiedades para aplicacion biomédica.," 1999.
- [32] D. M. Mattox, "Handbook of Physical Vapor. Deposition (PVD) Processing," p. 1, 2010.
- [33] H. O. Pierson, *Handbook of refractory carbides & nitrides: properties, characteristics, processing and applications*. William Andrew, 1996.
- [34] N. K. Ponon, D. J. R. Appleby, E. Arac, P. J. King, S. Ganti, K. S. K. Kwa *et al.*, "Effect of deposition conditions and post deposition anneal on reactively sputtered titanium nitride thin films," *Thin Solid Films*, vol. 578, pp. 31-37, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2015.02.009>.
- [35] R. P. van Hove, I. N. Sierveelt, B. J. van Royen and P. A. Nolte, "Titanium-Nitride Coating of Orthopaedic Implants: A Review of the Literature," (in eng), *Biomed Res Int*, vol. 2015, p. 485975, 2015. 10.1155/2015/485975.
- [36] D. Y. Peña-Ballesteros, "Tribocorrosión: historia, propiedades, aplicaciones y modelamiento," *Revista UIS Ingenierías*, vol. 20, no. 1, pp. 239-244, 2020. 10.18273/revuin.v20n1-2021020.
- [37] J. Villanueva, L. Trino, J. Thomas, D. Bijukumar, D. Royhman, M. M. Stack *et al.*, "Corrosion, Tribology, and Tribocorrosion Research in Biomedical Implants:

- Progressive Trend in the Published Literature," *Journal of Bio- and Tribo-Corrosion*, vol. 3, no. 1, p. 1, 2016. 10.1007/s40735-016-0060-1.
- [38] T. Charng and F. Lansing, "Review of corrosion causes and corrosion control in a technical facility," United States 1982, Available: http://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:14767252.
- [39] T. T. T. Tran, K. Kannoorpatti, A. Padovan and S. Thennadil, "A study of bacteria adhesion and microbial corrosion on different stainless steels in environment containing *Desulfovibrio vulgaris*," *Royal Society Open Science*, vol. 8, no. 1, p. 201577, 2021. doi:10.1098/rsos.201577.
- [40] R. W. Revie, *Uhlig's corrosion handbook*. John Wiley & Sons, 2011.
- [41] J. A. Salazar-Jiménez, "Introducción al fenómeno de corrosión: tipos, factores que influyen y control para la protección de materiales," *Revista Tecnología en Marcha*, vol. 28, no. 3, pp. 127-136, 2015.
- [42] P. A. S. PE, "Fundamentals of corrosion: Mechanisms, causes, and preventative methods," 2009.
- [43] A. Fochini and N. Leonardi, "Oseointegración, aspectos que determinan su éxito. Revisión de la literatura. Osseointegration, aspects that determine its success. Literature review," *Methodo Investigación Aplicada a las Ciencias Biológicas*, vol. V, pp. 156-164, 2020. 10.22529/me.2020.5(4)07.
- [44] D. F. Martínez Rodríguez, "Osteointegración," in *Osteointegración*, 2010, pp. 24-24.
- [45] A. Baptista, F. J. G. Silva, J. Porteiro, J. L. Míguez, G. Pinto and L. Fernandes, "On the Physical Vapour Deposition (PVD): Evolution of Magnetron Sputtering Processes for Industrial Applications," *Procedia Manufacturing*, vol. 17, pp. 746-757, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.10.125>.
- [46] "Chapter 1 - Deposition Technologies: An Overview," in *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings (Third Edition)*, P. M. Martin, Ed. Boston: William Andrew Publishing, 2010, pp. 1-31.
- [47] J. L. G. BETANCOURT, "PRODUCCION Y CARACTERIZACION DE RECUBRIMIENTOS DE TiSiN OBTENIDAS POR LA TECNICA DE MAGNETRON SPUTTERING REACTIVO," 2012.
- [48] D. Depla, S. Mahieu and J. E. Greene, "Chapter 5 - Sputter Deposition Processes," in *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings (Third Edition)*, P. M. Martin, Ed. Boston: William Andrew Publishing, 2010, pp. 253-296.
- [49] S. M. Diederik Depla, *Reactive Sputter Deposition*, 1 ed. Springer Berlin, Heidelberg, 2008.
- [50] "Chapter 1.1 - Vacuum Nomenclature and Definitions," in *Handbook of Vacuum Science and Technology*, D. M. Hoffman, B. Singh, J. H. Thomas, and J. H. Thomas, Eds. San Diego: Academic Press, 1998, pp. 3-7.
- [51] R. Alexander, "Vacuum Technology," p. 1, 1990.
- [52] "Chapter 6 - Ion Plating," in *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings (Third Edition)*, P. M. Martin, Ed. Boston: William Andrew Publishing, 2010, pp. 297-313.
- [53] R. F. Bunshah, *Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, technology, and applications*. William Andrew, 1994.
- [54] F. Smidt, "Use of ion beam assisted deposition to modify the microstructure and properties of thin films," *International Materials Reviews*, vol. 35, no. 1, pp. 61-128, 1990.

- [55] K. Wasa and S. Hayakawa, "Handbook of sputter deposition technology : principles, technology, and applications," 1992.
- [56] J. Thornton, "High Rate Thick Film Growth," *Annual Review of Materials Science*, vol. 7, pp. 239-260, 2003. [10.1146/annurev.ms.07.080177.001323](https://doi.org/10.1146/annurev.ms.07.080177.001323).
- [57] "Chapter 5 Coating Characterization and Evaluation," in *Tribology Series*, vol. 28, K. Holmberg and A. Matthews, Eds.: Elsevier, 1994, pp. 257-308.
- [58] N. Vidakis, A. Antoniadis and N. Bilalis, "The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 143-144, pp. 481-485, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(03\)00300-5](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00300-5).
- [59] P. J. Blau and K. G. Budinski, "Development and use of ASTM standards for wear testing1The research of the first author was sponsored in part by the U.S. Department of Energy, Office of Transportation Technologies, High Temperature Materials Laboratory User Program, under contract DE-AC05-96OR 22464 with Lockheed Martin Energy Research.1," *Wear*, vol. 225-229, pp. 1159-1170, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(99\)00045-9](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(99)00045-9).
- [60] J. Gilabert, E. Zumaquero, C. Machí, J. Toledo and M. P. Gómez-Tena, "Caracterización mecánica y tribológica de recubrimientos diamond-like carbon aplicados por la técnica deposición química de vapor sobre baldosas cerámicas," *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, vol. 54, no. 5, pp. 209-218, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2015.09.002>.
- [61] M. G. Fontana and N. D. Greene, *CORROSION ENGINEERING*. Country unknown/Code not available: 1967, 1967, pp. Medium: X; Size: Pages: 402 2011-03-24.
- [62] R. C. Morón, G. A. Rodríguez-Castro, D. V. Melo-Máximo, J. Oseguera, A. Bahrami, S. Muhl *et al.*, "Multipass and reciprocating microwear study of TiN based films," *Surface and Coatings Technology*, vol. 375, pp. 793-801, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.07.085>.
- [63] R. C. Vega-Morón, G. A. Rodríguez Castro, D. V. Melo-Máximo, J. V. Méndez-Méndez, L. Melo-Máximo, J. E. Oseguera-Peña *et al.*, "Adhesion and mechanical properties of Ti films deposited by DC magnetron sputtering," *Surface and Coatings Technology*, vol. 349, pp. 1137-1147, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.05.078>.
- [64] T. H. Zhang and Y. Huan, "Nanoindentation and nanoscratch behaviors of DLC coatings on different steel substrates," *Composites Science and Technology*, vol. 65, no. 9, pp. 1409-1413, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2004.12.011>.
- [65] P. K. Chu, J. Y. Chen, L. P. Wang and N. Huang, "Plasma-surface modification of biomaterials," *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 36, no. 5, pp. 143-206, 2002. [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(02\)00004-9](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(02)00004-9).
- [66] A. International, *Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus*. 2017, p. 6.
- [67] C. Murray, "ASTM G99 Tip's Perspective Continuous Wear Contact," *Today's standard for tomorrow's materials*, 2013.

9. Anexos.



RENIECYT - LATINDEX - Research Gate - DULCINEA - CLASE - Sudoc - HISPANA - SHERPA
UNIVERSIA - E-Revistas - Google Scholar - DOI - REDIB - Mendeley - DIALNET - ROAD - ORCID

CDMX, December - 2022

CABRERA-ROSAS, Yazmin
CVU CONACYT ID: 1107217
MELO-MÁXIMO, Lizbeth
ORC ID: 0000-0002-7081-0661, CVU CONACYT ID: 299373
MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana
ORC ID: 0000-0001-7488-7677, CVU CONACYT ID: 170068
ÁVILA-DAVIAL, Erika Osiris
ORC ID: 0000-0002-9365-6214, CVU CONACYT ID: 101672

**Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Tlalnepantha
Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México
Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Pachuca**

PRESENT:

We are pleased to inform you that your article "**Mechanical characterization of tin coatings with biomedical application in elbow prostheses**" with keywords "Biomedical application, Properties, Sputter deposition". Has been published on pages 30-35 in "**Journal of Technological Prototypes**", *V-8 N-22* with **ISSN: 2444-4995**. Journal edited by Ecorfan-Mexico, S.C. Holding Spain. (2022) and **DOI: 10.35429/JTP.2022.22.8.30.35**

This article is classified in:

Area: Engineering
Field: Engineering
Discipline: Chemical Engineering
Subdiscipline: Biomedical engineering

This article is published in:

https://www.ecorfan.org/spain/researchjournals/Prototipos_Tecnologicos/vol8num22/Journal_of_Technological_Prototypes_V8_N22_4.pdf

The Journal is Arbitrated by peer review is Indexed and deposited in Databases:

LATINDEX (Scientific Journals of Latin America, Spain and Portugal)
EBSCO (Research Database - EBSCO Industries)
RESEARCH GATE (Germany)
GOOGLE SCHOLAR (Citation indices-Google)
REDIB (Ibero-American Network of Innovation and Scientific Knowledge- CSIC)
MENDELEY (Bibliographic References Manager)

We issue this certificate for the purposes of science, technology and innovation

Regards.

**PERALTA-CASTRO, Enrique. MsC.
CIO-ECORFAN-México, S.C.
CONACYT-RENIECYT: 1702902**

ECORFAN-México, S.C.
143 – 50 Itzopan Street
La Florida, Ecatepec Municipality
Mexico State, 55120 Zipcode
Phone: +52 1 55 6159 2296
Skype: ecorfan-mexico.s.c.
E-mail: contacto@ecorfan.org
Facebook: Ecorfan-Mexico S.C.
Twitter: @EcorfanC

www.ecorfan.org

Holdings

Mexico	Colombia	Guatemala
Bolivia	Cameroon	Democratic Republic of Congo
Spain	El Salvador	
Ecuador	Taiwan	
Peru	Nicaragua	Paraguay

Mechanical characterization of tin coatings with biomedical application in elbow prostheses

Caracterización Mecánica de recubrimientos tin con aplicación biomédica en prótesis de codo

CABRERA-ROSAS, Yazmin†, MELO-MÁXIMO, Lizbeth*, MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana and ÁVILA-DAVILA, Erika Osiris

*Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Tlalnepantla
Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México
Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Pachuca*

ID 1st Author: *Yazmin, Cabrera-Rosas* / CVU CONACYT ID: 1107217

ID 1st Co-author: *Lizbeth, Melo-Máximo* / ORC ID: 0000-0002-7081-0661, CVU CONACYT ID: 299373

ID 2nd Co-author: *Dulce Viridiana, Melo-Máximo* / ORC ID: 0000-0001-7488-7677, CVU CONACYT ID: 170068

ID 3rd Co-author: *Erika Osiris, Ávila-Davila* / ORC ID: 0000-0002-9365-6214, CVU CONACYT ID: 101672

DOI: 10.35429/JTP.2022.22.8.30.35

Received September 17, 2022; Accepted December 15, 2022

Abstract

The present work aims to study TiN films deposited on AISI 316L stainless steel substrates by physical vapor deposition through the Magnetron Sputtering technique with CD, heating it at a temperature of 200° and a constant time of 30 min. Identifying the mechanical properties to be used in biomedical applications, the microstructural characterization was performed by Optical Microscopy (OM) and Scanning Electron Microscopy (SEM). Adhesion tests were performed under the VDI 3198 standard. Tribological wear tests were performed using a 6 mm chromium plated steel pin (AISI 52100) on coated and uncoated substrates to study and compare the sliding effect continuing the same circumferential geometry, with a stroke length of 200 m and a load of 5N in wet and dry way using milli-Q water to simulate biological fluids in order to test the performance and durability of the implant.

Resumen

En el presente trabajo se busca estudiar películas TiN depositadas sobre sustratos de acero inoxidable AISI 316L mediante la deposición física de vapor a través de la técnica Magnetron Sputtering con CD, calentándolo a una temperatura a 200° y un tiempo constante de 30 min. Identificando las propiedades mecánicas para ser utilizadas en aplicaciones biomédicas, la caracterización microestructural fue realizada mediante Microscopio Óptico (OM) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Las pruebas de adhesión se realizaron bajo la norma VDI 3198. Las pruebas de desgaste tribológico se realizaron utilizando un pin de acero cromado de 6 mm (AISI 52100) en los sustratos recubiertos y sin recubrir para estudiar y comparar el efecto de deslizamiento continuando la misma geometría circunferencial, con una longitud de carrera de 200 m y una carga de 5N en vía húmeda y en vía seca utilizando agua milli-Q para simular los fluidos biológicos con el fin de probar el desempeño y durabilidad del implante.

Biomedical application, Properties, Sputter deposition

Aplicaciones Biomédicas, Propiedades, Depósito por Sputter

Citation: CABRERA-ROSAS, Yazmin, MELO-MÁXIMO, Lizbeth, MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana and ÁVILA-DAVILA, Erika Osiris. Mechanical characterization of tin coatings with biomedical application in elbow prostheses. Journal of Technological Prototypes. 2022. 8-22: 30-35

*Correspondence to Author (e-mail: lizabeth.mmm@tlalnepantla.tecnm.mx)

†Researcher contributing first author

Introduction

Surface engineering has allowed over the years of its research, study and analysis to create processes through different techniques, which provide the alloy of materials with better properties for different applications in human life, as part of these processes is the manufacture of coatings, capable of maintaining the mechanical properties of the materials in contact with another surface, that is, to maintain the volume of the coated material without losing its qualities, what we know as wear resistance. From railway tracks to medical implants, different variants have been generated in thin film components, being titanium, chromium and steel the protagonists as biocompatible substrates. [1] In this way, disciplines such as traumatology and orthopedics have benefited from this advance by giving a second chance of a full and independent life to those who have been affected by a congenital problem or an accidental injury in shoulder, elbow, wrist, hip or knee joints.

Within the upper trunk, the elbow is a fundamental joint for the functioning of the upper extremities, since movements such as flexion-extension and rotation manage to bring the hand to the head, back and the rest of the body, at the same time it is defined as the load transmission joint. [2] Circumstances such as a distal humerus fracture, where they alter the architecture, increase stiffness or instability and allow pain, only result in limitations for daily activities.

By studying and understanding the biomechanics of the elbow has allowed researchers to develop joint replacements, and surface engineering through physical vapor deposition (PVD) by means of the Magnetron Sputtering technique [3], generate thin films capable of coating such prostheses and improve their performance and service life; this technique consists of transporting ionized electrons to the substrate to coat it and thus generate the thin film with the best variables [4] to maintain optimal mechanical properties, which are studied and analyzed by means of microstructural, mechanical and tribological characterization to ensure that the patient avoids readmission to the hospital. [5]

1. Experimental Development

Deposition Process. Titanium nitride films were deposited on AISI 316L stainless steel substrates previously prepared through coarse polishing, obtaining a mirror-like finish through fine polishing with diamond paste. See figure 1.



Figure 1 Samples with mirror finish

Subsequently, the samples were placed in the reactor (see figure 2) individually approximately 3 cm apart, it is worth mentioning that before starting the deposition time, the chamber was evacuated and then Ar (99.997% pure) was introduced at a flow rate of 20 sccm, 997% pure) at a flow rate of 20 sccm and it was until the pressure stabilized that a power of 110 W was applied to the magnetron to start the plasma, the cleaning of the target was performed for 5 min, then the pressure was reduced to 2 Pa and the sample was placed above the target, increasing the pressure 150 W and integrating N at a flow rate of 5 sccm and so for 25 min. for a total time of 30 min. See Table 1. After deposition, the samples were left inside the reactor to cool before extraction. Four similar films were produced in terms of temperature and time parameters, the latter with the exception of sample 3 whose time was 35 min.

Parameters	
Substrate	316L
Substrate Temperature	200°
Initial Pressure	8.7×10^{-4} torr
Working pressure	2 Pa
Ar	20 sccm
N	5 sccm
Power Supply	150 w
Objective	TiN
Deposition time	30 min

Table 1 Deposition parameters. [6]

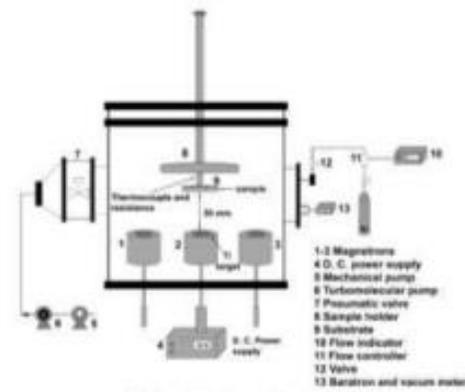


Figure 2 Diagram of deposition process and its components. [7]



Figure 3 316L stainless steel substrates after Ti/TiN deposition by PVD

2. Structural Characterization.

The TiN films were first analyzed by scanning electron microscopy using a Jeol JSM-6360LV equipment to obtain the morphology, the elemental composition of the surface by energy dispersive spectroscopy (EDS) in wet and dry way, also the wear traces on the steel pins were analyzed by optical microscopy in order to observe the wear caused by the effect of the tribological test.

3. Mechanical and tribological characterization in wet and dry way

Figure 4 shows the indentation obtained using a diamond tip and a load of 150 kg on the coated substrate, under the VDI 3198 standard to determine the degree of detachment of the film. Among the destructive tests this is used for coated composite materials whose coating may have a rupture due to deformation on the substrate. In the optical microscope we can see that, according to the contact geometry coupled with the shear caused by the intense load transfer, the film withstood the stresses and avoided delamination at the circumference of the print. While the radial cracks indicate strong adhesion, it is certain that brittleness is present.

It is worth mentioning that this sample was subjected to a wet wear test.

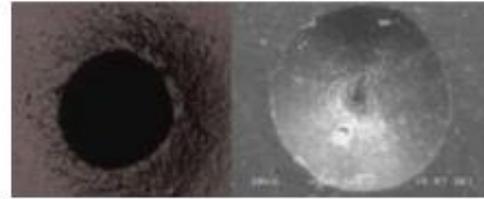


Figure 4 Footprint left on substrate and film by adhesion test under VDI 3198, on the left image taken with optical microscope, on the right image taken with scanning electron microscope

In Figure 5 we observe that in one of the samples that was studied dry and subjected to wear test, the delamination is notorious and even on the upper right side the film is visibly detached, exposing the substrate.

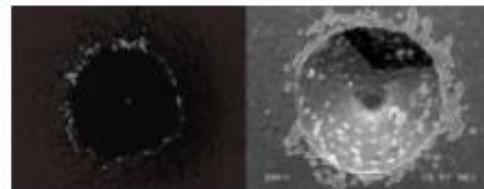


Figure 5 Test Standard VDI 3198, on the left image taken with optical microscope, on the right with scanning electron microscope

The tribological behavior of the samples was analyzed through the tribological pin-on-disk test with a 6 mm chromium-plated steel pin (AISI 52100) (see Figure 6). All tests were performed under the ASTM G99 standard test method which is a standard test method for wear tests with a pin-on-disk machine. These were performed on coated and uncoated 316L stainless steel substrates to study and compare the effect of sliding in the same circumferential geometry, with a stroke length of 200 m and a load of 5N in wet and dry path using milli-Q water to simulate biological fluids in order to test the performance and durability of the implant.

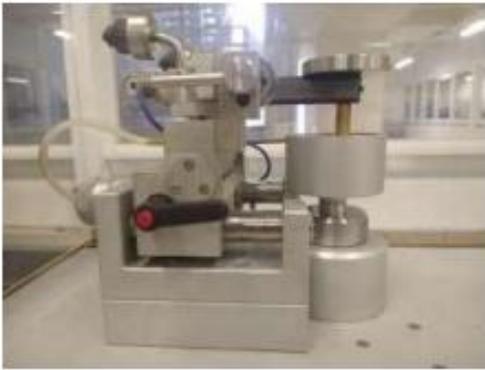


Figure 6 CSEM Tribometer, model 18-259 with which the tribological test was performed

By means of the pin-on-disk wear test, information on the coefficient of friction (COF) of each of the Ti/TiN films was collected and plotted against the stroke distance of each of the samples analyzed in the tribological wear test, allowing us to appreciate the behavior and comparison between the tribological fingerprints of both the samples and the pin under the given conditions, either in dry or wet conditions. As shown in Figures 7 and 8.

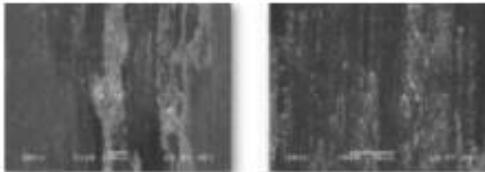


Figure 7 Tribological footprint in 316L/Ti TiN in dry process

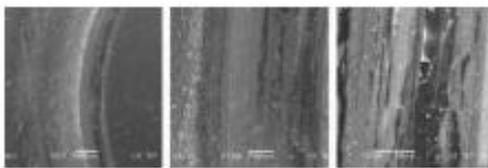


Figure 8 Tribological footprint in 316L/Ti TiN in wet process

A correlation was observed between the wear of the samples and the pin in terms of the friction coefficient. Figure 9 shows the acceptable wear pattern due to the thin film and the humid environment in which the test was carried out.

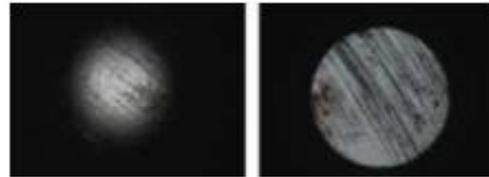


Figure 9 Chrome-plated steel pellet used in the wet wear test on Ti/TiN coated 316L substrate, on the left before the test and on the right side after the test

In comparison with the wear track on the pellet exposed to the same conditions with the difference that the substrate was not coated, the track shows a more pronounced depth thanks to the contact it had with the substrate as can be seen in Figure 10.

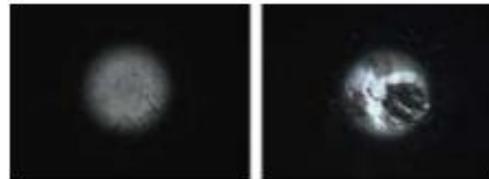


Figure 10 Chromium-plated steel ball used on the uncoated 316L steel substrate in the wet wear test, left side before the test and right side after the test

While the results in the dry test with the uncoated substrate show a ball with defined but not very uniform scratches, in comparison with the sample with the film, where in spite of not having a lubricant, defined and uniform scratches are observed due to the uniform wear given by the same coating. Figures 11 and 12.

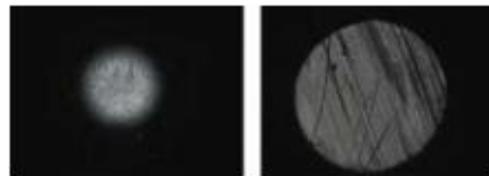


Figure 11 Chrome-plated steel ball used on uncoated 316L steel substrate in the dry wear test, left side before the test and right side after the test

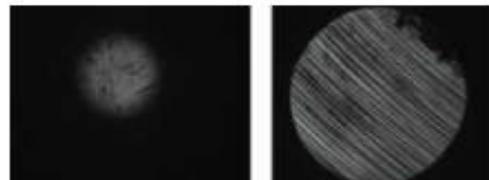
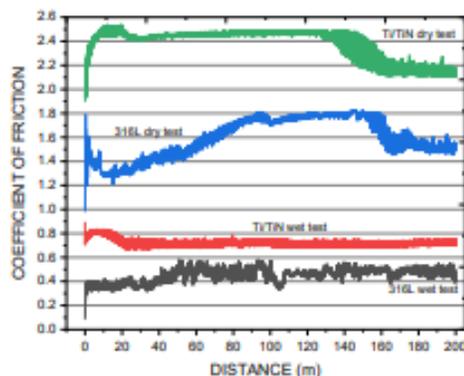


Figure 12 Chrome-plated steel ball used in the dry wear test on TiN-coated 316L substrate, on the left side before the test and on the right side after the test

In graph 1, there is a higher COF in steel 316L in dry way due to the magnitude of roughness present on the surface and the lack of a coating and lubricant, the substrate ends up suffering a severe plastic deformation in a prolonged manner. Compared to the substrate coated with Ti/TiN under the same conditions, it tends to show a regular behavior thanks to the coating whose surface is less rough, however, due to the absence of the lubricant we can observe a higher COF, thanks to the fact that the wear is made in the coating. Unlike the substrate coated with Ti/TiN in wet way since this has a surface with less surface roughness and in turn yields to sliding with lubricant support. Finally, the 316L steel in wet way has a regular behavior with friction peaks due to the lack of a coating since the roughness on the surface provides greater contact with the ball.



Graph 1 Tribological behavior (COF)

4. Acknowledgements

To the TecNM/ITTLA for the opportunity to carry out this research, to the Surface Engineering Laboratory at the Tecnológico de Estudios Superiores Campus Estado de México for the facilities granted.

To the Network "Laboratorio Nacional del TECNM para impulsar la I+D+I en Ingeniería" for the collaboration.

To COMECYT-FICDTEM-2021-038 for the funding granted for this project, as well as to CONACYT for the National grant awarded.

5. Conclusions

The deposition process was successfully carried out in each of the samples, obtaining a homogeneous titanium nitride film.

The structural, mechanical and tribological characterization showed a coating with acceptable failure, low delamination on the edges of the indentation when subjected to load based on the VDI 3198 standard, having an acceptable adhesion, while its tribological behavior was as expected, having a lower COF (coefficient of friction) in a wet way and in a 200 m stroke, unlike the uncoated substrate and in a dry way.

6. References

- [1] B. P. Rojo, "Biomateriales. Aplicacion a Cirugia Ortopedica y Traumatologia" 2010. <https://core.ac.uk/download/pdf/29402164.pdf>
- [2] A. P. González, J. D. Heredia, S. M. Marco, J. L. Á. Lafuente, M. G. Navlet and M. A. R. Ibán, "Anatomía del codo para el cirujano artroscopista," Septiembre 2018. file:///C:/Users/Liz/Downloads/reaca25263.fs1801002-anatomia-codo-cirujano-artroscopista-1.pdf
- [3] A. Baptista, F. J. G. Silva, J. Porteiro, J. L. Míguez, G. Pinto and L. Fernandes, "On the Physical Vapour Deposition (PVD): Evolution of Magnetron Sputtering Processes for Industrial Applications," *Procedia Manufacturing*, vol. 17, pp. 746-757, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.10.125>.
- [4] M. A. Domínguez-Crespo, A. M. Torres-Huerta, E. Rodríguez, A. González-Hernández, S. B. Brachetti-Sibaja, H. J. Dorantes-Rosales *et al.*, "Effect of deposition parameters on structural, mechanical and electrochemical properties in Ti/TiN thin films on AISI 316L substrates produced by r. f. magnetron sputtering," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 746, pp. 688-698, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.319>.
- [5] D. D. Kumar, N. Kumar, S. Kalaiselvam, S. Dash and R. Jayavel, "Micro-tribo-mechanical properties of nanocrystalline TiN thin films for small scale device applications," *Tribology International*, vol. 88, pp. 25-30, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2015.02.031>.

[6] R. Rojas-Roblero, L. Melo-Máximo, D.V. Melo-Máximo, E. Uribe-Lam., "Thin films of Titanium Nitride deposite on substrates used for biomedical applications", *Journal of Scientific and Technical Applications*. December 2022, Vol.8 No.22 9-15
https://www.ecorfan.org/spain/researchjournals/Aplicacion_Cientifica_y_Tecnica/vol8num22/Journal_of_Scientific_and_Technical_Applications_V8_N22_2.pdf

[7] J. Acosta, A. Rojo, O. Salas, J. Oseguera, Process monitoring during AIN deposition by reactive magnetron sputtering. *Surface & Coatings technology* 201 (2007) 7992-7999
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.03.048>



Conference Certificate



RENIECYT - LATINDEX - Research Gate - DULCINEA - CLASE - Sudoc - HISPANA - SHERPA
UNIVERSIA - E-Revistas - Google Scholar - DOI - REDIB - Mendeley - DIALNET - ROAD - ORCID

CDMX, December - 2022

CABRERA-ROSAS, Yazmin
MELO-MÁXIMO, Lizbeth
MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana
ÁVILA-DAVIAL, Erika Osiris

Instituto Tecnológico de Tlalnepantla
Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey
Instituto Tecnológico de Pachuca

PRESENT:

We have the pleasure to announce presented at **19th ECORFAN® International Conference - Science, Technology and Innovation** with the title **“Mechanical characterization of tin coatings with Biomedical application in elbow prostheses”**. On line -**ECORFAN-Nicaragua**, on 13 December, 2022.

The Conference is Arbitrated by peer review and deposited in Databases:

RESEARCH GATE (Germany)
MENDELEY (Bibliographic References Manager)
GOOGLE SCHOLAR (Citation indices-Google)
RNA (National Registry of Copyright)
DOI (Digital Object Identifier)

Regards.

SERRUDO-GONZALES, Javier. BsC.
CBDO-ECORFAN-México, S.C.
CONACYT-RENIECYT: 1702902

ECORFAN-México, S.C.
143 – 50 Itzopan Street
La Florida, Ecatepec Municipality
Mexico State, 55120 Zipcode
Phone: +52 1 55 6159 2296
Skype: ecorfan-mexico.s.c.
E-mail: contacto@ecorfan.org
Facebook: ECORFAN-México S. C.
Twitter: @EcorfanC

www.ecorfan.org

Holdings

Mexico	Colombia	Guatemala
Bolivia	Cameroon	Democratic Republic of Congo
Spain	El Salvador	
Ecuador	Taiwan	
Peru	Nicaragua	Paraguay

INFORME TÉCNICO FINAL PARA PROYECTOS FINANCIADOS POR EL Proyecto: 8f0nc5 (14127) TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO

I. Identificación del Proyecto

Institución:

Instituto Tecnológico de Tlalnepantla

Responsable Técnico del Proyecto:

MELO-MAXIMO, LIZBETH

Clave del proyecto: 14127.22-P

Título del proyecto: Producción de películas delgadas nanoestructuradas con actividad antibacteriana para aplicaciones biomédicas

Tipo de investigación: Básica

Duración del proyecto: 12 meses

Fecha de inicio del proyecto: 01 de enero del 2022

Fecha de término del proyecto: 31 de diciembre del 2022

II. Resultados

1. Resumen del proyecto

Introducción

Contiene una descripción general de la problemática que aborda el proyecto de investigación.

A través del tiempo los médicos e ingenieros han intentado resolver el problema ante la pérdida de un miembro corporal, de esta manera, millones de personas han utilizado algún tipo de implante para sustituirlo, entre los más utilizados se encuentran los implantes ortopédicos, los implantes dentales, implantes cardiovasculares, entre otros. De tal manera que se ha encontrado que la infección de prótesis es una de las principales fallas postoperatoria y que representa la complicación más grave que afecta a un porcentaje importante de pacientes, generando inmovilidad y dolor crónico. En el presente proyecto de investigación se presenta el estudio de algunos materiales que han demostrado ser candidatos para contrarrestar este problema esto son el Nitruro de Titanio (TiN) y Oxido de Zinc (ZnO), por lo que se han desarrollado y caracterizado nanoestructuras y películas delgadas tipo multicapa utilizando técnicas como el depósito físico en fase vapor (TiN) y método hidrotermal, Deep coating y spin coating (ZnO) etc., sobre diferentes sustratos, que permitan encontrar los mejores resultados y que sean promisorios para ser propuestos como alternativa útil en la modificación superficial en implantes biomédicos, buscando que se mejoren sus propiedades mecánicas y morfológicas para disminuir la actividad antibacteriana. Una vez obtenidas las películas delgadas nanoestructuradas por los procesos de depósito físico en fase vapor por la técnica de pulverización catódica reactiva y por método hidrotermal respectivamente, se realizó la caracterización microestructural y mecánica mediante las técnicas de Microscopía Óptica, Microscopía Electrónica de barrido + análisis por dispersión de energía, Microscopía de fuerza atómica, prueba de adhesión Rockwell C empleando la norma VDI 3198, estudiar el ángulo de contacto y tribología. Una vez analizados los resultados y dadas las conclusiones pertinentes se sustentaron dos tesis en desarrollo de maestría y se generó la escritura de dos artículos publicados en revistas arbitradas de alto impacto.

Objetivos

Contiene el esclarecimiento de los objetivos que se cumplieron con el desarrollo del proyecto de forma cualitativa.

Producir y caracterizar películas delgadas para detección de actividad antibacteriana

-Preparar sustratos con acabado tipo espejo.

-Modificar las variables de los procesos para obtener películas de diferentes características.

-Caracterizar superficial y mecánicamente mediante diferentes técnicas los recubrimientos obtenidos.

-Análisis de Resultados.

Metas

Contiene los resultados concretos obtenidos en forma cuantitativa respecto a: tesis desarrolladas, publicaciones, trabajos de residencia profesional, patentes en trámite, participación en eventos, etc.

Derivado de este proyecto se Alcanzaron las siguientes metas:

Se lograron 2 tesis en desarrollo de maestría, la publicación de dos artículos en revistas arbitradas, superando así las metas propuestas en un principio para el proyecto.

Desarrollo y resultados del proyecto

Contiene una explicación de los procedimientos seguidos para el cumplimiento de los objetivos y metas que conforman el proyecto.

Para alcanzar el objetivo general y los objetivos específicos del proyecto se procedió a realizar la revisión bibliográfica que fue la base y el sustento para el diseño de los experimentos y que a su vez se utilizó para redactar el marco teórico y el estado del arte de las tesis en desarrollo de 2 alumnas de maestría, dichas revisiones fueron dirigidas por la Dra. Nelva Nely Almanza Ortega, el Dr. Iván Enrique Martínez Merlín y la Dra. Dulce Viridiana Melo Máximo.

Una vez que se eligieron los parámetros de proceso se procedió a cortar y desbastar los sustratos de acero 316L. Para este procedimiento fue necesario seccionar los sustratos, desbastarlos con lijas de papel abrasivo de carburo de silicio de diferentes granulometrías, posteriormente se pulieron con pasta de diamante de diversas granulometrías utilizando paños especiales. Este procedimiento se llevó a cabo en el laboratorio de la División de Estudios de Posgrado e Investigación del que la doctora Lizbeth Melo Máximo es Responsable quien guió, capacitó y supervisó a las alumnas involucradas en la obtención de dichas muestras.

Los sustratos preparados fueron llevados al laboratorio de ingeniería de superficies del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey Campus estado de México y con ayuda de la Dra. Esmeralda Uribe Lam y la Dra. Lizbeth Melo Máximo se recubrieron por el método de depósito catódico reactivo por magnetron y por métodos químicos como lo es el método hidrotermal utilizando procesos químicos como el deep coating y el spin coating obteniendo películas delgadas nanoestructuradas de Nitrato de Titanio y Oxido de Zinc. La caracterización microestructural y mecánica de los recubrimientos estuvo a cargo de la Dra. Dulce Viridiana Melo Máximo del Tecnológico de Monterrey campus estado de México y del Dr. Roberto Carlos Vega Morón (Cátedra COMECYT-ITTLA) y del Dr. Noé López Permsuía de la Universidad Politécnica del Valle de México, quienes utilizaron técnicas como Microscopía electrónica de Barrido, Microscopía de fuerza atómica y medición de ángulo de contacto y de adhesión, entre otras, para elegir con todos estos resultados las mejores películas para que en trabajos futuros sean enviados a procesos de cultivos de células y desarrollo de bacterias.

Conclusiones/Observaciones

Contiene comentarios al respecto del proyecto desarrollado.

Por las limitantes en el desarrollo del proyecto aun queda pendiente la aplicación de las pruebas de crecimiento de bacterias, sin embargo, del análisis realizado a dichas nanoestructuras y películas delgadas, se observaron buenos resultados para proponerlos como propuesta viable para disminuir las fallas en componentes de prótesis por formación de bacterias e infecciones, disminuyendo de esta forma las infecciones y las fallas por reemplazo de prótesis.

Debido a la relevancia de lo obtenido se presentaron los avances de dos tesis de maestría y el envío de dos artículos en revista de alto impacto para su publicación.

2. Objetivo del proyecto

Grado de cumplimiento del objetivo propuesto: 100% Completamente

Producir y caracterizar películas delgadas nanoestructuradas para detección de actividad antibacteriana./ Se logró la producción y la caracterización de recubrimientos de TiN y ZnO que de acuerdo con la literatura han demostrado tener actividad antibacteriana.
 Proyecto: 810nc5 (14127)

- Preparar sustratos con acabado tipo espejo./ Se logró la obtención de sustratos de acero 316L adicionalmente se eligieron sustratos de vidrio para producir nanoestructuras de óxido de Zn.
 - Modificar las variables de los procesos para obtener películas de diferentes características./ Se realizó el diseño de experimentos que funcionó como base para obtener los mejores resultados.
 - Caracterizar superficial y mecánicamente mediante diferentes técnicas los recubrimientos obtenidos./ Se logró caracterizar microestructural y mecánicamente los recubrimientos nanoestructurados obtenidos.
 - Seleccionar los mejores recubrimientos y realizar conteo de unidades formadoras de colonias detectando actividad antibacteriana/ Aún se está en el proceso de realizar el cultivo bacteriano.
- Análisis de resultados/Se realizó un adecuado análisis de Resultados.

3. Metas

Grado de cumplimiento de las metas propuestas: **100% Completamente**

Cumplimiento de metas

Metas cuantificable	Cantidad programada	Cantidad lograda	Observaciones
Tesis en desarrollo de Maestría	2	2	Ambos trabajos se incluyen como productos obtenidos del proyecto debido a su relación con el tema de estudio.
Artículos Científicos publicados en Revistas Arbitradas	1	2	El trabajo presenta el estudio de películas delgadas de Nitruro de Titanio sobre sustratos de acero inoxidable AISI 316L mediante pulverización catódica con magnetrón desbalanceado de corriente directa (CD), con características promisorias como resistencia al desgaste y a la corrosión para ser utilizadas en aplicaciones biomédicas. El segundo trabajo se basa en la producción química de nanoestructuras de óxido de zinc (ZnO) que se depositaron sobre sustratos de vidrio por dos métodos diferentes: spin-coating y dip-coating. Los sustratos dopados fueron modificados mediante temperatura y exposición a luz ultra violeta. Se caracterizó midiendo el ángulo de contacto de la superficie después de realizarle alguna modificación.
Memorias en congresos de prestigio nacional en el área	0	1	

Metas cumplidas

Tesis en desarrollo de Maestría			
2023-01-19	síntesis y caracterización de recubrimientos nanoestructurados hidrofóbicos"		
2023-01-19	Caracterización mecánica de recubrimientos TiN con aplicación biomédica para prótesis de codo		
Artículos Científicos publicados en Revistas Arbitradas			
2022-12-01	Revista: Journal of Scientific and Technical Applications	Thin films of Titanium Nitride deposite on substrates used for biomedical applications	España
2022-12-30	Revista: Journal of Engineering Applications	Effect of modification of zinc oxide nanostructures on contact angle	México
Memorias en congresos de prestigio nacional en el área			
2022-10-24	Efecto de la modificación de nanoestructuras de óxido de zinc sobre ángulo de contacto.		

4

4. Metodología

Descripción de la metodología empleada para el alcance de los objetivos

Se seleccionó el TiO_2 como sustrato para fabricar recubrimientos de Titanio, nitruro de titanio, debido a que han demostrado ser candidatos para evitar el crecimiento de bacterias. Para lograr un resultado favorable es necesario elaborar películas delgadas con propiedades mecánicas como adhesión y resistencia al desgaste, por ello se realizó el estudio tribológico en seco y en húmedo a fin de encontrar las mejores variables de proceso y las mejores respuestas mecánicas.

Se sintetizaron nanoestructuras de óxido de zinc por métodos químicos, el proceso de fabricación llevó a la evaluación de las mismas por ángulo de contacto a fin de evaluar la hidrofobicidad. La estructura hexagonal tipo Wurzita ha demostrado tener capacidades antibacteriales.

Para lograr reducir el número de muestras se realizó un diseño experimental y una adecuada revisión de la bibliografía que con lo que se contribuyó a disminuir el tiempo de experimentación.

Cabe mencionar que de todas las metas propuestas sólo faltó presentar el estudio del crecimiento antibacterial que aun se encuentra en proceso.

5. Colaboración y Participación

Descripción de la participación e integración del grupo de trabajo, incluyendo el desempeño y las actividades realizadas de cada colaborador, incluyendo estudiantes. También se indica si hubo cambios en la participación de los investigadores y el grado de afectación del proyecto.

Integrantes del proyecto

CVU-TecNM	Integrante	Rol	Actividades realizadas
IT19F166	MARTÍNEZ-MERLÍN, IVAN ENRIQUE	Colaborador	Revisión bibliográfica, diseño de experimentos y análisis de resultados.
IT19E875	ALMANZA-ORTEGA, NELVA NELY	Colaborador	Revisión bibliográfica, diseño de experimentos y análisis de resultados.
IT19E874	MELO-MAXIMO, LIZBETH	Responsable	Capacitación en laboratorio, fabricación de recubrimientos nanoestructurados y análisis de resultados.

Colaboración con Externos

Nombre completo	Institución	Actividades realizadas
Melo-Máximo, Dulce Viridiana	Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey.	Caracterización microestructural y mecánica de recubrimientos nanoestructurados de ZnO y TiN . Escritura de artículos arbitrados, Análisis de Resultados.
Uribe-Lam, Esmeralda	Instituto tecnológico y de estudios superiores de Monterrey.	Obtención de recubrimientos por Deposito físico en fase vapor de películas delgadas de TiN . Análisis de Resultados
Vega-Morón, Roberto Carlos	COMECYT-TecNM/ITTLA	Caracterización mecánica de nanoestructuras. Análisis de Resultados
López-Pernusquia, Noé	Universidad Politécnica del Valle de México	Caracterización microestructural de nanoestructuras mediante diversas técnicas. Discusión de Resultados.

Participación de Estudiantes

Num. Control	Nombre completo	Institución	Rol(es)	Actividades realizadas
M21254103	Hernandez-Hernandes, Celia Massiel	Instituto Tecnológico de Tlalnepanitla	Tesista	Escritura de avance de Tesis, Escritura de artículo, presentación de poster.
M14251228	Cabrera-Rosae, Yazmin	Instituto Tecnológico de Tlalnepanitla	Tesista	Escritura de Tesis, desarrollo experimental

6. Difusión

Se obtuvieron nanoestructuras de Óxido de Zinc y de Nitruro de Titanio, mismas que son propuestas para la modificación superficial de materiales con el fin de proponerlas como candidatas a disminuir la actividad bacteriana.

Los resultados generaron la producción de dos artículos arbitrados y la generación de 2 tesis en desarrollo de maestría.

7. Recurso Ejercido

Proyecto	Capítulo	TecNM	Plantel	Total
	MATERIALES Y SUMINISTROS (2000)	\$ 179,574.00	\$ 0.00	\$ 179,574.00
	SERVICIOS GENERALES (3000)	\$ 20,426.00	\$ 0.00	\$ 20,426.00
	SUBTOTAL	\$ 200,000.00	\$ 0.00	\$ 200,000.00
			TOTAL	\$ 200,000.00

8. Beneficios y Problemas

Debido a la lenta ministración de los reactivos, el cultivo de bacterias se vio retrasado por lo que no se presentan aun resultados de las mismas, Sin embargo, se superaron los productos de la propuesta inicial.

<p>Responsable Técnico</p>  <p>Lizbeth Melo Máximo Nombre y firma</p>	<p>Jefe de la DEPI o Subdirector Académico</p>  <p>Miguel Angel Paredes Rueda Nombre y firma</p>	<p>Director del plantel</p>  <p>Silvia Santiago Cruz Nombre y firma</p>
--	---	--



**VIII Simposio Nacional y 1^{era}
Reunión Latinoamericana de
Ingeniería de Superficies y
Tribología**



Estimado: **Yazmin Cabrera Rosas**

Número de Resumen: **TRIB-PEL-94**

En nombre de la Red Temática de Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT), Tribobr y la Asociación Argentina de Tribología nos complace de confirmar que su trabajo titulado: *“Análisis tribológico de recubrimientos de TiN sobre acero para su posible aplicación como prótesis de codo.”*.

De: **Yazmin Cabrera Rosas, Lizbeth Melo Máximo, Dulce Viridiana Melo Máximo, Celia Massiel Hernández Hernández, Fortino Fabian Estrada Martínez, Rodrigo Rojas Roblero**

Fue presentado en modalidad **Póster** en el VIII Simposio Nacional y 1^{er} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2022, el cual se llevó a cabo de manera virtual del 6 al 11 de noviembre de 2022.

Atentamente,

Dr. Joaquín Oseguera Peña
Presidente REDISYT

Dr. Giuseppe Pintaude
Secretario Tribobr

Dr. Germán Prieto
Secretario AAT



Universidad de Guadalajara
Centro Universitario del Sur
Secretaría Académica
Instituto de Investigaciones en Comportamiento
Alimentario y Nutrición
Instituto de Investigación de la Red Universitaria
Otorga la presente



INSTITUTO DE
INVESTIGACION DE LA
RED UNIVERSITARIA

CONSTANCIA

a:

Yazmin Cabrera Rosas

Por su participación como **PONENTE** con el proyecto titulado:

Caracterización mecánica de recubrimientos TiN con aplicación en prótesis de codo

en el:

**XIII COLOQUIO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN PARA ESTUDIANTES UNIVERSITARIOS
Y EL V COLOQUIO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN UNIVERSITARIA**

Atentamente

"Piensa y Trabaja"

Ciudad Guzmán, Municipio de Zapotlán el Grande, Jalisco a 06 de diciembre de 2021.

Dra. Elia Herminia Valdés Miramontes

Secretaría del Instituto de Investigaciones en Comportamiento
Alimentario y Nutrición

Dr. Andrés Valdez Zepeda

Secretario Académico

Dra. Zyanya Reyes Castillo

Directora del Instituto de Investigaciones en
Comportamiento Alimentario y Nutrición