

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



ESTUDIO BIOTRIBOLÓGICO DE IMPLANTES DE CADERA  
METAL-METAL MODIFICADOS SUPERFICIALMENTE

POR

JAVIER ALONSO ORTEGA SÁENZ

T E S I S

EN OPCIÓN AL GRADO DE  
DOCTOR EN INGENIERÍA DE MATERIALES

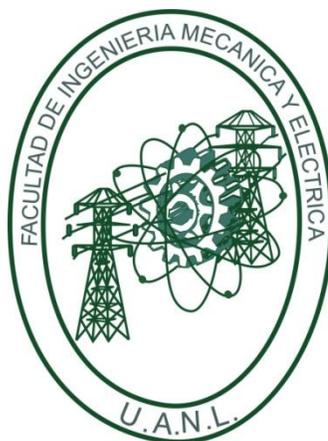
CIUDAD UNIVERSITARIA

MARZO DEL 2013

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



ESTUDIO BIOTRIBOLÓGICO DE IMPLANTES CADERA  
METAL-METAL MODIFICADOS SUPERFICIALMENTE

POR

JAVIER ALONSO ORTEGA SÁENZ

T E S I S

EN OPCIÓN AL GRADO DE  
DOCTOR EN INGENIERÍA DE MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA

MARZO DEL 2013

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA  
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Los miembros del comité de la tesis que recomendamos que la tesis “Estudio biotribológico de implantes de cadera metal-metal modificados superficialmente” realizada por el M.C. Javier Alonso Ortega Sáenz, matrícula 1043641 sea aceptada para su defensa como opción al grado de Doctor en Ingeniería de Materiales

El Comité de Tesis

---

Asesor

Dr. Marco A. L. Hernández Rodríguez

---

Revisor

Dr. Alberto J. Pérez Unzueta

---

Revisor

Dr. Rafael D. Mercado Solís

---

Revisor

Dr. Demófilo Maldonado Cortés

---

Revisor

Dr. Zygmunt Haduch Suski

---

Vo. Bo.

Dr. Moisés Hinojosa Rivera

Ciudad Universitaria, San Nicolás de los Garza, N. L., Marzo del 2013

# DEDICATORIA

*Con mucho cariño a la memoria de mi  
padre*

*Javier Ortega Serrano*  
(1949 - 2009)

# DEDICATORIA

*A Dios*

*A mis padres, Javier Ortega Serrano  
(Q.E.P.D) y Bertha Elva Sáenz*

*A mi hija Juliette Saraí y a mi esposa  
Jessica Saraí*

*A mis Hermanos Elvalicia y José Alejandro*

# AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por el apoyo brindado para la realización de este trabajo.

A la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León.

Al Institute for Sustainable Technologies – National Research Institute (ITeE-PIB), ubicado en Radom, Polonia, especialmente al Dr. Marian Szczerek por haberme aceptado para realizar mi estancia doctoral, al Dr. Remigiusz Michalczewski por todo el apoyo brindado y su gran amistad, al Dr. Witold Piekoszewski, Marek Kalbarczyk, Maksim Antonov y a todo el personal del Departamento de Tribología quienes siempre me hicieron sentir como en casa.

A mi esposa por su amor, comprensión, paciencia y apoyo incondicional.

Al Dr. Marco Antonio Loudovic Hernández Rodríguez por haber asumido la responsabilidad de mi formación doctoral y haberme guiado y apoyado durante este largo trayecto, siempre animándome a seguir adelante y mostrando una gran amistad.

Al Dr. Alberto J. Pérez Unzueta quien además de transmitir su amplia experiencia como investigador, siempre ha mostrado una gran amistad.

Al Dr. Rafael Mercado Solís, por su apoyo, sus valiosas aportaciones y su amistad.

Al Dr. Demófilo Maldonado y su distinguida esposa la Sra. Lorena González, a quienes tuve la fortuna de conocer durante mi estancia doctoral en Polonia, haciendo de este viaje una experiencia inolvidable. Gracias por todo su apoyo, sus consejos y su gran amistad. Amigos de Polonia, amigos de por vida.

Al Dr. Zygmunt Haduch por su amistad y por todo su apoyo para la realización de la estancia doctoral en Polonia.

Al M.C. Miguel Ángel Quiñones Salinas, por todo el apoyo brindado durante todas las etapas de este largo camino y la gran amistad siempre mostrada. Por las historias y anécdotas más increíbles jamás contadas.

A la Ing. Ruth Viridiana Martínez por su valiosa participación y apoyo en las diferentes etapas de la experimentación del presente proyecto y al Ing. Doménico Castillo por sus valiosas aportaciones al Simulador de Cadera FIME II.

A la empresa MIDING S. de R.L. de C.V. especialmente al Ing. Juan Salazar por su apoyo con el diseño y maquinado de piezas de gran precisión y calidad para el Simulador de Cadera FIME II.

A la empresa HEMAQ, en especial al Ing. Rafael Ontiveros por su valiosa participación con el maquinado de las prótesis de cadera.

A los profesores DIMAT: Dr. Rafael Colás, Dr. Moisés Hinojosa, Dra. Dora Irma Martínez, Dra. Ana María Guzmán, Dr. Arturo Juárez por sus enseñanzas y apoyo durante el desarrollo de mi maestría y doctorado

A mis compañeros de la línea de investigación de Biomateriales: Geo Contreras, Yaneth Bedolla, Melvin Álvarez, José Diabb, Antonio Olivares y Linda López y a mis compañeros del DIMAT: Arturo Reyes, Karina Cabriales, Edgar Ortiz, Hilario García y Roberto Benavides por su amistad y todo el apoyo brindado.

A la familia Díaz Rodríguez por todo el apoyo brindado.



2.4.2.2 Depósito por pulverización catódica.....	39
2.4.2.3 Implantación iónica.....	40
2.4.3 Recubrimientos duros .....	41
2.4.3.1 Recubrimientos multicomponente .....	43
2.4.3.2 Recubrimientos multicapa.....	44
<b>Capítulo 3 EXPERIMENTACIÓN .....</b>	<b>46</b>
3.1 Diseño de la experimentación .....	46
3.1.1 Introducción .....	46
3.1.2 Plan Experimental .....	47
3.2 Materiales y preparación de muestras .....	48
3.2.1 Fabricación de muestras prototipo metal-metal .....	49
3.2.1.1 Diseño de muestras prototipo metal-metal .....	49
3.2.1.2 Fabricación de muestras prototipo .....	51
3.2.1.3 Proceso de pulido de las muestras prototipo.....	53
3.2.2 Preparación de muestras planas .....	55
3.3 Tratamientos superficiales .....	57
3.3.1 Descripción del equipo .....	58
3.3.1.1 Cámara de vacío.....	58
3.3.1.2 Evaporadores por arco y fuente de poder.....	59
3.3.1.3 Sistema de base rotacional .....	60
3.3.1.4 Unidad central de control.....	61
3.3.1.4.1 Sistema de control de vacío .....	61
3.3.1.4.2 Sistema de control de proceso.....	62
3.3.1.5 Unidad de control de presión de gases.....	63
3.3.1.6 Sistema de operación automatizado.....	63
3.3.2 Selección de parámetros óptimos para el proceso de nitruación iónica en la aleación Co-Cr .....	65
3.3.2.1 Descripción del proceso de nitruación iónica.....	66
3.3.2.1.1 Bombeo .....	69

3.3.2.1.2	Proceso de limpieza por plasma AEGD.....	69
3.3.2.1.3	Pre calentamiento y calentamiento .....	70
3.3.2.1.4	Nitruración iónica .....	70
3.3.2.1.5	Enfriamiento .....	71
3.3.3	Recubrimientos PVD dúplex y no-dúplex .....	71
3.3.3.1	Nitruración iónica .....	74
3.3.3.2	Proceso de recubrimientos por la técnica PVD.....	76
3.3.3.2.1	Recubrimiento CrN .....	76
3.3.3.2.2	Recubrimiento multicapas TiN/CrN .....	78
3.3.4	Recubrimiento con carbono tipo-diamante .....	82
3.4	Caracterización.....	84
3.4.1	Análisis de superficies .....	84
3.4.1.1	Microscopía de fuerza atómica .....	84
3.4.1.2	Perfilometría .....	85
3.4.2	Microscopía electrónica de barrido (MEB) .....	85
3.4.3	Espectroscopía de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES) .....	86
3.4.4	Nanoindentación .....	87
3.4.5	Difracción de rayos X .....	87
3.4.6	Prueba de adhesión .....	88
3.4.7	Medición de esfericidad y huelgo .....	90
3.5	Pruebas Tribológicas.....	90
3.5.1	Pruebas de desgaste y corrosión.....	90
3.5.1.1	Pruebas de desgaste bajo condiciones lubricadas .....	91
3.5.1.2	Pruebas de Corrosión .....	94
3.5.2	Pruebas de desgaste en el Simulador de cadera FIME II.....	95
3.5.2.1	Descripción de las pruebas.....	95
3.5.2.2	Procedimiento para la operación del simulador de cadera FIME II .....	98
3.5.2.2.1	Montaje de las muestras.....	98
3.5.2.2.2	Preparación del lubricante.....	102

3.5.2.2.3 Revisión de los sistemas de carga	
Variable .....	103
3.5.2.2.4 Sistema de lubricación automático .....	105
3.5.2.2.5 Encendido del simulador de Cadera	
FIME II .....	106
3.5.2.2.6 Calibración de carga.....	108
3.5.2.2.7 Inicio de pruebas .....	110
3.5.2.3 Mediciones gravimétricas .....	113
3.5.3 Pruebas de fricción.....	113
3.5.3.1 Procedimiento para la medición de la fricción	
en los pares tribológicos.....	114
<b>Capítulo 4 RESULTADOS.....</b>	<b>117</b>
4.1 Selección de parámetros óptimos para el proceso de nitruración	
iónica de la aleación Co-Cr ASTM F1537 .....	117
4.1.1 Microscopía de fuerza atómica .....	118
4.1.2 Microscopía electrónica de barrido .....	119
4.1.3 Espectroscopía de emisión óptica por descarga luminiscente	
(GDOES) .....	120
4.1.4 Determinación y análisis de propiedades mecánicas por	
nanoindentación.....	121
4.2 Caracterización de muestras testigo después de los tratamientos	
superficiales .....	122
4.2.1 Microscopía electrónica de barrido de las muestras prototipo	
y análisis de composición química por EDS .....	122
4.2.2 Estudio topográfico por MFA .....	126
4.2.3 Determinación y análisis de propiedades	
mecánicas por nanoindentación.....	127
4.2.4 Análisis de fases por difracción de rayos X .....	127
4.2.4.1 Muestra de aleación Co-Cr .....	127

4.2.4.2 Muestra de aleación CoCr después del proceso de nitruración iónica .....	128
4.2.4.3 Recubrimiento CrN .....	129
4.2.4.4 Recubrimiento multicapas (TiN/CrN) x 3 .....	130
4.2.4.5 Recubrimiento DLC .....	131
4.2.5 Análisis de adhesión por la técnica de rayado .....	132
4.2.5.1 Determinación de los modos de falla por microscopía óptica.....	133
4.3 Caracterización de las muestras prototipo .....	141
4.3.1 Rugosidad .....	141
4.3.1.1 Estudio topográfico por MFA.....	142
4.3.2 Análisis morfológico por MEB.....	142
4.3.3 Esfericidad (error de forma) y huelgo.....	143
4.4 Resultados de pruebas tribológicas .....	145
4.4.1 Pruebas de desgaste y corrosión.....	145
4.4.1.1 Pruebas de desgaste bajo condiciones lubricadas .....	145
4.4.1.1.1 Fricción .....	145
4.4.1.1.2 Desgaste .....	147
4.4.1.1.3 Microscopía electrónica de barrido.....	150
4.4.1.1.3.1 Pruebas tribológicas utilizando esferas de aleación Co-Cr .....	150
4.4.1.1.3.2 Pruebas tribológicas utilizando esferas de alúmina .....	154
4.4.1.2 Pruebas de Corrosión .....	159
4.4.2 Pruebas de desgaste en el Simulador de cadera FIME II.....	160
4.4.2.1 Zona de contacto .....	160
4.4.2.2 Torque de fricción.....	162
4.4.2.3 Desgaste el simulador de cadera FIME II.....	162
4.4.2.3.1 Desgaste total .....	162
4.4.2.3.2 Desgaste en cabezas y en las copas de las muestras prototipo .....	163

4.4.2.3.3 MEB a $1 \times 10^6$ ciclos.....	165
<b>Capítulo 5 DISCUSIÓN .....</b>	<b>171</b>
5.1 Introducción .....	171
5.2 Selección de parámetros óptimos para el proceso de nitruración iónica de la aleación Co-Cr ASTM F1537 .....	172
5.2.1 Microscopía electrónica de barrido .....	172
5.2.2 Rugosidad .....	173
5.2.3 Análisis de propiedades mecánicas .....	174
5.2.4 Análisis de fases .....	174
5.2.5 Análisis elemental .....	176
5.2.6 Selección del potencial de nitruración.....	176
5.3 Caracterización de muestras testigo después de los tratamientos Superficiales.....	177
5.3.1 Rugosidad.....	177
5.3.2 Propiedades mecánicas.....	178
5.3.3 Adhesión.....	179
5.4 Pruebas tribológicas .....	180
5.4.1 Pruebas de desgaste y corrosión .....	180
5.4.1.1 Pruebas de desgaste bajo condiciones lubricadas (Puebas Pin-on-disc) .....	180
5.4.1.1.1 Mecanismos de falla .....	181
5.4.1.2 Pruebas de Corrosión.....	184
5.4.2 Pruebas de desgaste en el Simulador de Cadera FIME II .....	186
<b>Capítulo 6 CONCLUSIONES.....</b>	<b>189</b>
6.1 Introducción .....	189
6.2 Selección de parámetros óptimos para el proceso de nitruración iónica de la aleación Co-Cr ASTM F1537 .....	190

6.3 Caracterización de muestras testigo después de los tratamientos superficiales .....	191
6.3.1 Rugosidad .....	191
6.3.2 Propiedades mecánicas .....	191
6.3.3 Adhesión .....	191
6.4. Pruebas de desgaste y corrosión .....	192
6.4.1 Pruebas de desgaste bajo condiciones lubricadas (Pruebas Pin-on-disc).....	192
6.4.2 Pruebas de Corrosión .....	192
6.5 Pruebas de desgaste en el Simulador de Cadera FIME II.....	193
<b>RECOMENDACIONES</b> .....	195
<b>BIBLIOGRAFÍA</b> .....	196
<b>Índice de Figuras</b> .....	204
<b>Índice de Tablas</b> .....	216
<b>Apéndices</b>	
A1 Programa AEDG y diagrama de proceso .....	218
A2 Programa CrN CrCo y diagrama de proceso.....	222
A3 Programa CrN-TiN bez AEGD y diagrama de proceso.....	226
A4 Protocolo para pruebas pin-on-disc.....	230
A5 Patente del simulador de cadera FIME II.....	232
A6 Protocolo para experimentación en el simulador de cadera FIME II.....	235

# RESUMEN

Uno de los biomateriales metálicos más utilizados en los implantes ortopédicos de cadera es la aleación cobalto-cromo-molibdeno (CoCrMo) debido a su alta resistencia al desgaste y a la corrosión. Sin embargo, la toxicidad de los iones metálicos de cobalto y cromo liberados de partículas de desgaste de implantes de cadera metal-metal dentro del cuerpo humano es una causa de preocupación, la cual ha motivado la búsqueda de nuevas alternativas para resolver o disminuir este problema. Bajo este contexto se encuentra el presente trabajo de investigación, cuyo objetivo principal es el de mejorar la resistencia al desgaste de prótesis totales de cadera metal-metal de aleación Co-Cr incrementando la dureza superficial de las cabezas femorales por medio de diferentes tratamientos superficiales tales como: nitruración iónica, recubrimiento por PVD y tratamientos dúplex. Se fabricaron cabezas femorales prototipo de aleación Co-Cr forjada así como también muestras para caracterización y evaluación tribológica. Se realizó una caracterización exhaustiva de las diferentes condiciones superficiales y se evaluó el desempeño tribológico y la resistencia a la corrosión. Las pruebas de corrosión se realizaron mediante la técnica polarización potenciodinámica mientras que el desempeño tribológico de las superficies creadas se evaluó bajo diferentes condiciones utilizando dos diferentes dispositivos tribológicos: una máquina de desgaste pin-on-disc (POD) y el simulador de cadera triaxial FIME II. Se encontró que la tecnología dúplex incrementa significativamente la adhesión de los recubrimientos, sin embargo no se observó influencia alguna de esta tecnología en el desempeño tribológico durante las pruebas en la máquina POD. En el simulador de cadera FIME II se evaluaron cabezas femorales con recubrimientos PVD de: CrN, un recubrimiento multicapas de (TiN/CrN) $\times$ 3 y un recubrimiento de carbono tipo diamante (DLC). Estas cabezas femorales fueron evaluadas contra copas acetabulares de aleación CoCrMo ASTM F75 con alto contenido de carbono. Los resultados mostraron que los recubrimientos PVD reducen el significativamente el desgaste de las cabezas femorales comparadas contra los pares MOM.

# Capítulo 1

## INTRODUCCIÓN

A principios de la década de los setenta surgió el término biotribología, definido como una rama de la tribología enfocada a estudiar los fenómenos de fricción, lubricación y desgaste presentes en sistemas biológicos [1]. La biotribología ofrece un desafiante campo de investigación multidisciplinario, en el cual se incluyen disciplinas como la ortopedia, la biomecánica, la ciencia de materiales y la tribología. De lo mencionado anteriormente se desprende el presente trabajo de investigación, el cual se enfoca en uno de los temas más importantes y de mayor auge en la biotribología: el estudio y la optimización de la prótesis total de cadera.

Como es sabido, los diferentes órganos y articulaciones del cuerpo humano sufren desgaste y/o fracturas y deben de ser reemplazados para mantener una buena calidad de vida. Existen implantes que juegan un papel importante en la sustitución o mejora de las funciones de cada sistema del cuerpo humano (óseo, cardiovascular, nervioso, etc.). Entre los implantes más importantes se pueden mencionar los implantes de columna vertebral, los fijadores óseos (tornillos, clavos, etc.), los implantes cardíacos (válvulas cardíacas artificiales y marcapasos), los implantes dentales y los reemplazos articulares. Los reemplazos articulares están diseñados específicamente para restaurar la función de las articulaciones dañadas del cuerpo humano entre las cuales se pueden mencionar los reemplazos de rodilla, cadera, hombro, y tobillo. El presente trabajo se enfoca en la prótesis total de cadera, cuya cirugía de reemplazo o artroplastia fue considerada en 1991 como “la operación ortopédica del siglo” [2].

La cirugía de reemplazo de cadera se puede realizar como artroplastia total o hemi artroplastia de cadera. Esta operación es realizada generalmente para aliviar el dolor provocado por la destrucción de la articulación por alguna enfermedad (artrosis o artritis

reumatoide) o para corregir daño físico severo (tal como una fractura del cuello femoral) y recuperar la movilidad. La artroplastia total de cadera consiste en reemplazar ambas partes de la articulación de la cadera humana (el acetábulo, localizado en la pelvis, y la cabeza femoral) por una prótesis total de cadera, mientras que en la hemiarthroplastia solo se reemplaza la cabeza femoral. La prótesis total de cadera tiene dos componentes principales: una cabeza femoral artificial, la cual puede ser metálica (fabricada con aleaciones biocompatibles entre las cuales se pueden mencionar las aleaciones de cobalto, titanio y acero inoxidable) o cerámica (fabricadas principalmente de alúmina y circonia); y una copa acetabular artificial, la cual puede ser metálica, cerámica o polimérica.

La principal causa de falla en los implantes ortopédicos es el desgaste prematuro de alguno de sus componentes. Uno de los biomateriales metálicos más utilizados en los implantes ortopédicos de cadera es la aleación cobalto-cromo-molibdeno (CoCrMo) debido a su alta resistencia al desgaste y a la corrosión. Sin embargo, a pesar de que los pares tribológicos metal-metal (cabeza femoral y copa acetabular fabricadas de aleaciones biocompatibles) han probado ser más resistentes al desgaste que los pares tribológicos más comúnmente utilizados en implantes de cadera, los pares metal-polietileno (los cuales consisten en una cabeza femoral metálica y una copa acetabular de polietileno de ultra alto peso molecular, UHMWPE por sus siglas en inglés), la toxicidad de los iones metálicos de cobalto y cromo liberados de partículas de desgaste de implantes de cadera metal-metal dentro del cuerpo humano es una causa de preocupación, la cual ha motivado la búsqueda de nuevas alternativas para resolver o disminuir este problema [3, 4].

Actualmente, los recubrimientos obtenidos mediante la técnica de depósito físico en fase vapor (PVD por sus siglas en inglés) son conocidos por proveer superficies con propiedades tribológicas superiores en términos de bajo coeficiente de fricción y alta resistencia al desgaste. Esta tecnología ha sido investigada en el campo de los implantes quirúrgicos mostrando resultados promisorios en pruebas de desgaste “in vitro” en simuladores de cadera [5-7]. Sin embargo, la mayoría de los recubrimientos PVD

presentan valores de dureza y rigidez superiores que los de la aleación Co-Cr, por lo que el soporte que esta aleación puede ofrecer al recubrimiento es un motivo de preocupación, principalmente cuando se presentan esfuerzos de contacto elevados. En muchos casos, el desempeño tribológico de los recubrimientos PVD está limitado por el coeficiente de deformación elástica del sustrato, lo cual puede resultar en una falla eventual del recubrimiento [8, 9].

Sin embargo, existen varios tratamientos superficiales que tienen como objetivo elevar la resistencia al desgaste y a la corrosión de los materiales mejorando sus propiedades mecánicas mediante la implantación de iones de nitrógeno en la superficie. Algunos de los tratamientos superficiales que han sido estudiados para modificar las propiedades mecánicas de la aleación Co-Cr mediante la implantación de iones de nitrógeno y mejorar su resistencia al desgaste son los siguientes: Implantación de iones de nitrógeno por haz convencional [10], superficie de plasma aleante [11], nitruración iónica por plasma de alta intensidad [12,13], e implantación por inmersión en iones de plasma [14, 15]. Mediante la implantación de iones de nitrógeno en la superficie de la aleación Co-Cr por las técnicas mencionadas anteriormente, se ha encontrado un incremento en la dureza superficial y una reducción en el índice de desgaste.

Por otra parte, los tratamientos dúplex, los cuales consisten en la aplicación de las dos técnicas mencionadas anteriormente (nitruración iónica seguida de un proceso de recubrimiento mediante la técnica de PVD), han demostrado ser exitosos mejorando la resistencia al desgaste, la fatiga y la corrosión además de incrementar la capacidad para soportar cargas en sustratos de acero [16-19]. En los tratamientos dúplex, los materiales son sometidos a un proceso de nitruración iónica en el cual se incrementa su dureza superficial y posteriormente son recubiertos mediante la técnica de PVD. Incrementando la dureza de los sustratos por medio del proceso de nitruración, se incrementa la capacidad de soporte de carga cuando se tienen recubrimientos PVD en la superficie y por ende se puede alcanzar un desempeño mecánico y tribológico superior.

Bajo este contexto se encuentra el presente trabajo de investigación, el cual a través de diferentes etapas, se enfoca a estudiar el cambio de las propiedades mecánicas de la aleación Co-Cr después de ser sometida a diferentes procesos de nitruración iónica, así como a analizar la respuesta al desgaste de pares tribológicos metal-metal recubiertos mediante la tecnología PVD y dúplex bajo pruebas de desgaste en un dispositivo pin-on-disc y pruebas en un simulador de acción triaxial que imita el ambiente de una cadera natural.

### Objetivo general

El objetivo general del presente trabajo es mejorar la resistencia al desgaste de prótesis totales de cadera metal-metal de aleación Co-Cr incrementando la dureza superficial de las cabezas femorales por medio de tratamientos superficiales tales como: (1) nitruración iónica, (2) procesos de recubrimiento PVD (monocapa y multicapa), y (3) tratamientos dúplex.

### Objetivos específicos

- Seleccionar los parámetros óptimos de nitruración para la aleación Co-Cr y estudiar la influencia del proceso de nitruración iónica en las propiedades mecánicas de la misma.
- Analizar la adhesión, la resistencia al desgaste y a la corrosión de los recubrimientos creados mediante los tratamientos superficiales mencionados anteriormente.

### Hipótesis

- 1) Por medio del proceso de nitruración iónica se difunden iones de nitrógeno en la superficie de la aleación Co-Cr formando una capa superficial con una dureza superior a la del sustrato, la cual influye en la integridad mecánica de la superficie,

reduciendo el desgaste en un sistema de contacto metal-metal en un medio similar al del cuerpo humano.

- 2) El proceso de nitruración iónica en la aleación Co-Cr, mejora la adhesión de los recubrimientos PVD monocapa y multicapa en los recubrimientos dúplex, incrementando la resistencia al desgaste.
- 3) Con recubrimientos PVD multicapa se tiene, a diferencia de los monocapa, un recubrimiento suficientemente duro para evitar el desgaste abrasivo y que además, con sus capas interpuestas, previene la propagación de grietas disminuyendo con esto la delaminación del recubrimiento.

## Metodología

La metodología empleada en el presente trabajo consistió en un análisis del estado del arte y el desarrollo de las siguientes etapas: (1) preparación de muestras (muestras para caracterización y pares tribológicos prototipo metal-metal), (2) tratamientos superficiales (nitruración iónica, recubrimientos PVD y tratamientos dúplex), (3) caracterización y (4) pruebas tribológicas y de corrosión. Se fabricaron cabezas femorales prototipo de aleación Co-Cr forjada así como también muestras para caracterización y evaluación tribológica. Posteriormente, se realizaron cinco procesos de nitruración con diferentes parámetros de proceso con el fin de seleccionar las condiciones óptimas para la nitruración iónica de la aleación Co-Cr. Una vez seleccionadas las condiciones óptimas para la nitruración, tanto las cabezas femorales prototipo como las muestras para caracterización y evaluación tribológica fueron sometidas a los diferentes tratamientos superficiales: nitruración iónica, recubrimiento por PVD y tratamientos dúplex. Se realizó una caracterización exhaustiva de las diferentes condiciones superficiales creadas analizando parámetros como espesor de la capa, dureza, modulo de elasticidad, rugosidad, adhesión de los recubrimientos, composición elemental y DRX. Finalmente se realizaron las pruebas tribológicas y de corrosión. El desempeño tribológico de las superficies creadas se evaluó bajo diferentes condiciones en dos dispositivos tribológicos: una máquina de desgaste pin-on-disc y un simulador de cadera. Este último dispositivo permitió evaluar el comportamiento

tribológico de los pares metal-metal prototipo en condiciones de movimiento, lubricación y carga muy similares a las que se enfrenta una prótesis de cadera implantada en el cuerpo humano.

# Capítulo 2

## ANTECEDENTES

### 2.1 La cadera humana

La articulación de la cadera humana, también conocida como articulación coxofemoral, es una de las articulaciones más fuertes y estables del cuerpo humano. Esta articulación está localizada entre la cintura pelviana y la extremidad inferior y está diseñada para proveer tanto movilidad como estabilidad al cuerpo humano [20]. Básicamente, las superficies óseas articulares que la conforman son la cabeza esférica del fémur o cabeza femoral y el acetábulo, en el cual se articula más de la mitad de la cabeza femoral (figura 2.1).

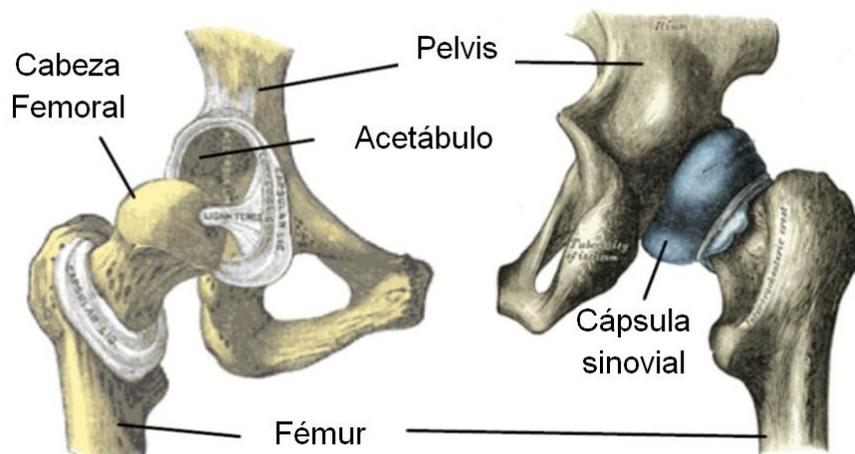


Figura 2.1 Anatomía de la cadera humana [21].

La articulación de la cadera es de tipo esferoidea (bola y cavidad) y el amplio movimiento de rotación de la cadera se debe al tipo de articulación de rotula esférica [22], la cual se encuentra envuelta en una capa de cartílago denominada cápsula sinovial. Por otra parte, la fricción entre los huesos que conforman la cadera queda reducida por la presencia de un agente lubricante denominado líquido sinovial, el cual también funge

como amortiguador, absorbiendo parte de las cargas en la articulación [23]. Gracias a la presencia de este líquido sinovial y a su geometría de rotula esférica, la articulación de la cadera puede transmitir grandes cargas (de 7 a 8 veces el peso del cuerpo) y articular un amplio rango de movimientos [21].

## 2.2 La prótesis total de cadera

A pesar de sus notables características, la articulación de la cadera se puede ver afectada por dolor crónico y enfermedades como la osteoartritis (también llamada artrosis, producida por el desgaste del cartílago), la artritis reumatoide, tumores óseos o traumas, principalmente en personas de edad avanzada. En estos casos, la mejor solución clínica es la artroplastia total de cadera, un procedimiento quirúrgico en el cual se reemplaza la articulación de la cadera dañada con un implante quirúrgico. Debido a lo anterior, se han desarrollado prótesis totales de cadera (figura 2.2), los cuales tienen la finalidad de restaurar las funciones de las articulaciones afectadas por los problemas mencionados anteriormente.

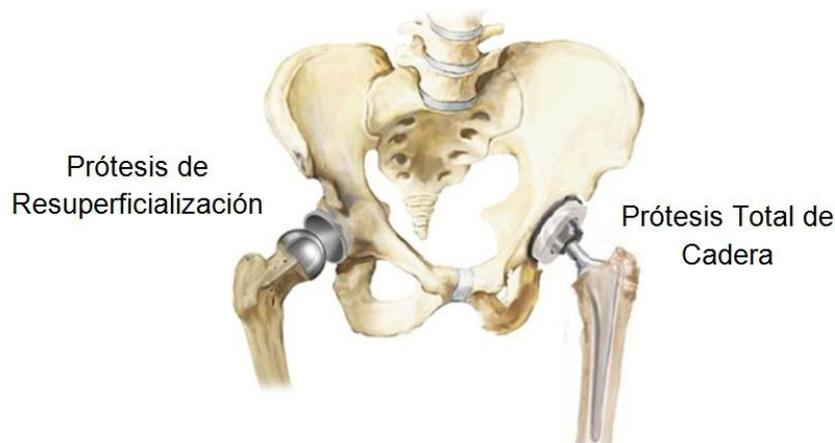


Figura 2.2 Prótesis total de cadera y prótesis de resuperficialización [21].

Este tipo de prótesis, también llamados reemplazos totales de cadera, están compuestos por un vástago femoral (el cual se incrusta en el canal medular del fémur), un cuello femoral (que conecta el vástago con la cabeza femoral) y una copa acetabular, incrustada en la pelvis en algunos casos a través de un soporte, tal como se muestra en la figura 2.3a. Sin embargo, a pesar que la artroplastía de cadera ha sido considerada uno de los

mayores logros de la cirugía ortopédica en las últimas décadas [2], las prótesis de cadera no han sido completamente exitosas desde el punto de vista ingenieril, por lo que este es un tema que continúa en desarrollo. En particular, las prótesis de cadera tienen una vida útil promedio de 5 a 15 años, lo cual no es un dato satisfactorio para pacientes menores de 60 años de edad, los cuales demandan prótesis de cadera con una expectativa de vida útil superior a los 20 o 25 años [24,25]. Para estos pacientes, una técnica alternativa y menos invasiva de resuperficialización (resurfacing) ha ganado interés recientemente [26]. En este caso, sólo el par articular, es decir, la copa acetabular y la cabeza femoral, se mantienen, aunque con dimensiones relativamente grandes, tal como se muestra en la figura 2.3b.



Figura 2.3 Componentes principales de las prótesis de cadera, a) prótesis total de cadera y b) prótesis de resuperficialización (resurfacing) [21].

Por otro parte, el éxito o fracaso de un implante total de cadera depende principalmente de dos factores: la fijación del implante, relacionada con la interacción del implante con el hueso, y el desgaste de las superficies articulares (las superficies de la cabeza femoral y la copa acetabular). Las reacciones adversas de los tejidos humanos a las partículas de desgaste provoca el desprendimiento y la falla de los implantes de cadera [27], he aquí la importancia de la biotribología, la cual juega un papel primordial en el desarrollo de nuevos materiales con mejores propiedades con el objetivo de prolongar el tiempo de vida útil de las articulaciones artificiales de cadera.

Las características demandadas por el cuerpo humano para una articulación artificial de cadera hacen que las propiedades requeridas en los materiales utilizados sean muy restrictivas. Por tal motivo, los materiales empleados en implantes de cadera deben de cumplir con el requisito de la biocompatibilidad, es decir, que produzcan el grado mínimo de rechazo en el cuerpo humano.

En la prótesis total de cadera, el vástago y el cuello femoral son fabricados generalmente de acero inoxidable, aleaciones base cobalto o de aleaciones base titanio, mientras que el soporte puede ser de metal o plástico (figura 2.3). El soporte metálico se utiliza con copa acetabular polimérica, con el fin de garantizar su fijación al hueso de la pelvis, mientras que el soporte polimérico es utilizado con copa acetabular metálica o cerámica, con el objetivo de absorber las cargas dinámicas.

Un factor crítico en las superficies articulares de las prótesis de cadera, son los materiales utilizados en el par tribológico cabeza femoral - copa acetabular, lo cual está relacionado muy estrechamente con el desgaste. Los materiales más comúnmente utilizados en las superficies articulares de las prótesis de cadera y clasificados de acuerdo a su naturaleza como: poliméricos (P), metálicos (M) y cerámicos (C), son los siguientes [28]:

Para la cabeza femoral:

- Aleaciones metálicas (M): aleaciones de acero inoxidable (304L y 316L), y aleaciones de cobalto-cromo-molibdeno CoCrMo (ASTM F75 para aleaciones vaciadas y ASTM 1537 para aleaciones de forja);
- Cerámicos (C): alúmina ( $Al_2O_3$ ) y circonio ( $ZrO_2$ );

Para la copa acetabular:

- Aleaciones metálicas (M): aleaciones de CoCr y CoCrMo
- Polímeros (P): Polietileno de Ultra Alto Peso Molecular (UHMWPE por sus siglas en inglés);
- Cerámicos (C): alúmina ( $Al_2O_3$ ).

Las propiedades mecánicas (módulo de elasticidad  $E$  y relación de Poisson  $\nu$ ) de los materiales antes mencionados además de los valores típicos de rugosidad promedio  $R_a$  se presentan en la tabla 2.1.

Tabla 2.1 Propiedades mecánicas y valor de rugosidad de materiales utilizados en prótesis de cadera: Modulo de Young ( $E$ ), relación de Poisson ( $\nu$ ), valor de rugosidad promedio ( $R_a$ ) [21].

Material		$E(\text{GPa})$	$\nu$	$R_a(\mu\text{m})$
P	UHMWPE	1	0.4	0.1 - 2.5
M	Acero inoxidable	210	0.3	0.01 - 0.05
M	CoCrMo	230		
C	Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	380	0.3	$\approx 0.001$
C	Circonio ( $\text{ZrO}_2$ )	210		

El par tribológico más utilizado en prótesis totales de cadera ha sido la combinación metal-polietileno (MoP) desde que fue introducida por cirujano ortopedista inglés John Charnley en la década de los 60's [29]. Este par tribológico consiste en una cabeza femoral de aleación de cobalto-cromo y una copa acetabular de polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE por sus siglas en inglés).

Es bien sabido que los pares tribológicos metal-polietileno (MoP) y cerámico-polietileno (CoP) sufren desgaste de la parte polimérica, cuyas partículas generar reacciones adversas del tejido, tales como inflamación y dolor.

Con el fin de reducir el desgaste, se han promovido otras combinaciones de materiales tales como la el par tribológico metal-metal (MoM) y el cerámico-cerámico (CoC). Sin embargo, estas combinaciones también presentan algunos inconvenientes: en implantes MoM el principal problema está relacionado con la presencia de iones metálicos potencialmente tóxicos [3, 4], liberados de las partículas de desgaste; y por otro lado, los cerámicos son frágiles, por lo que requieren un cuidado especial durante la intervención quirúrgica, además de ser una solución más cara.

Una alternativa para minimizar el desgaste de las superficies articulares además de la liberación de iones metálicos, consiste en aplicar recubrimientos cerámicos en las superficies metálicas y poliméricas, lo cual permite mantener una alta resistencia mecánica y un costo relativamente bajo. Actualmente, se pueden encontrar estudios en la literatura sobre recubrimientos superficiales aplicados a implantes quirúrgicos [5-7]. De acuerdo con estos estudios, los recubrimientos de nitruro de cromo (CrN) y carbo-nitruro de cromo (CrCN) aseguran un menor desgaste para sustratos de aleación base cobalto [5], así como para sustratos de UHMWPE. Otro recubrimiento superficial prometedor es el de carbono tipo diamante (DLC) [30], tanto en carbono amorfo hidrogenado (aC:H), como en carbono amorfo tetraédrico libre de hidrógeno (ta-C). Sin embargo, el uso clínico de prótesis de cadera con superficies recubiertas está todavía limitado y no son considerados como una solución práctica.

### **2.3 Biotribología**

El término biotribología fue presentado por primera vez por Dowson y Wright en 1973 para cubrir “todos los aspectos de la tribología relacionados a sistemas biológicos”. El ejemplo mejor conocido de este tema son los numerosos estudios de lubricación sinovial natural en articulaciones humanas, además del diseño, la fabricación y el desempeño tribológico de las prótesis totales de cadera.

Algunos de los ejemplos más comunes de la tribología aplicada a sistemas biológicos se listan a continuación:

- Desgaste en prótesis dentales [31,32]
- Tribología en lentes de contacto y tribología ocular [33]
- El desgaste de válvulas cardíacas [34]
- El desgaste de los tornillos y placas en la reparación de fracturas óseas [35]
- Tribología de articulaciones sinoviales naturales y articulaciones artificiales [36,37]

Las siguientes secciones se enfocarán en aspectos tribológicos de las prótesis de cadera, tales como: estudio de superficies, fricción, lubricación y desgaste.

### 2.3.1 Estudio de superficies

Todas las superficies son rugosas a escalas microscópicas. La rugosidad más baja para una prótesis de cadera se puede encontrar en los cerámicos, con irregularidades alrededor de 0.005  $\mu\text{m}$ , mientras que en prótesis de cadera con superficies metálicas estas irregularidades se encuentran alrededor de 0.01  $\mu\text{m}$ . El parámetro más común para caracterizar la rugosidad de una superficie es la desviación media aritmética la cual se representa como Ra. En la tabla 2.2 se muestran los valores más comunes de Ra para superficies de implantes ortopédicos obtenidos mediante diferentes procesos de producción.

Tabla 2.2. Valores comunes de Ra para superficies de implantes ortopédicos obtenidos mediante diferentes procesos de producción [38].

<b>Proceso de producción</b>	<b>Ra (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
Fundición por arena	12.5-25
Aserrado	3.2-25
Forja	3.2-12.5
Torneado	0.4-6.3
Vaciado a la cera perdida	0.8-1.6
Rectificado	0.4-1.6
Rectificado (fino)	0.1-0.4
Pulido	0.05-0.4
Super-polishing	0.025-0.2
Super-finishing	0.005-0.01

La rugosidad superficial compuesta en un implante de cadera está definida como:

$$Ra = \sqrt{(Ra_{cabeza})^2 + (Ra_{copa})^2}$$

En la tabla 2.3 se muestra un resumen de valores de Ra para diferentes tipos de superficies utilizados actualmente en prótesis de cadera.

Tabla 2.3 Resumen de valores de Ra para varios tipos de superficies utilizados actualmente en prótesis de cadera y su rugosidad compuesta [38].

<b>Par tribológico</b>	<b>Cabeza Femoral</b>	<b>Ra (µm)</b>	<b>Copa Acetabular</b>	<b>Ra (µm)</b>	<b>Rug. compuesta Ra(µm)</b>
UHMWPE-metal	CoCrMo	0.01-0.25	UHMWPE	0.01-2.5	0.1-2.5
Metal-metal	CoCrMo	0.005-0.025	CoCrMo	0.005-0.025	0.0071-0.035
Cerámico -cerámico	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.005-0.01	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.005-0.01	0.0071-0.014

### 2.3.2 Fricción

La fricción se define básicamente como la resistencia al movimiento y fue estudiada por primera vez por Leonardo DaVinci [39]. Existen tres leyes para la fricción:

1. La fuerza de fricción (F) es directamente proporcional a la carga aplicada (W)
2. La fuerza de fricción (F) es independiente del área de contacto.
3. La fuerza cinética de fricción (F) es independiente de la velocidad de deslizamiento (V).

Las primeras dos leyes se le atribuyen a Amontons, quien en 1699, explicó la fricción como el trabajo realizado para mover una superficie sobre la rugosidad de la otra, o la deformación o el desgaste de la otra superficie, sin embargo, ambas leyes fueron descubiertas por DaVinci. La relación adimensional conocida como *coeficiente de fricción* y denotada por ( $\mu$ ), se define de la primera ley de la fricción

$$\mu = \frac{F}{W} \text{ ó } F = \mu W$$

Los coeficientes de fricción estáticos para materiales en contacto en seco en presencia de aire se presentan en la tabla 2.4.

Tabla 2.4 Coeficientes de fricción para materiales en contacto seco en presencia de aire [38].

<b>Combinación de materiales</b>	<b>Coeficiente de fricción</b>
Acero – acero	0.6 – 0.8
Polietileno – acero	0.3
Polietileno – polietileno	0.2 – 0.4
PTFE - PTFE (politetrafluoroetileno, teflón)	0.04 – 0.2
PTFE – acero	0.04 – 0.2

Cabe mencionar que el coeficiente de fricción depende de la naturaleza de las superficies de contacto, particularmente en presencia de lubricantes biológicos. El coeficiente de fricción en combinaciones de materiales empleados para articulaciones artificiales puede ser muy diferente a los mostrados en la tabla 2.4.

Por otra parte, la fricción entre las superficies de contacto ha tenido un papel muy importante en el desarrollo de prótesis de cadera. Los primeros reemplazos de cadera diseñados por Sir John Charnley utilizaban materiales con muy bajo coeficiente de fricción, tal como las mostradas en la tabla 2.4. Sin embargo esos implantes fallaron rápidamente debido al desgaste. La mayoría de los primeros implantes que emplearon

articulaciones metal-metal también fallaron prematuramente debido principalmente al contacto ecuatorial, el cual genera una fricción elevada y un alto torque friccional.

Para reducir el esfuerzo transmitido a la interface de fijación en reemplazos de cadera, se requiere de una baja fricción entre superficies de contacto. Lo anterior se puede demostrar con el siguiente análisis, ver figura 2.4.

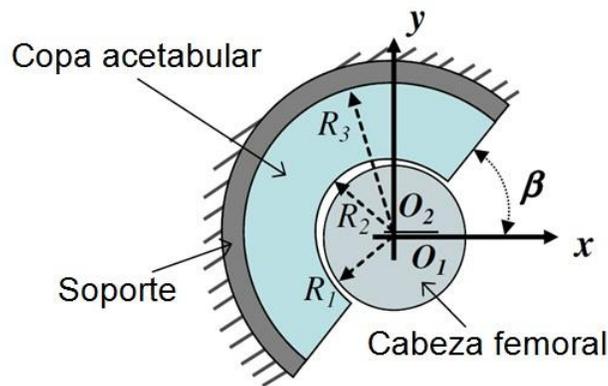


Figura 2.4 Diagrama esquemático de un implante de cadera donde  $R_1$  es el radio de la cabeza femoral y  $R_2$  el radio exterior de la copa acetabular [21].

La fuerza de fricción ( $S$ ) en la interface de fijación entre el exterior de la copa acetabular y el cemento (o el hueso, para el caso de los reemplazos de cadera no-cementados) se describe como:

$$S = \frac{\mu W R_1}{R_2}$$

donde  $R_1$  es el radio de la cabeza femoral,  $R_2$  es el radio exterior de la copa acetabular,  $W$  es la carga aplicada y  $\mu$  es el coeficiente de fricción. Está claro que para reducir la probabilidad de falla en la interface, es importante minimizar el esfuerzo transmitido a la interface no solo reduciendo el coeficiente de fricción de la articulación, sino también el radio de la cabeza femoral. Estos son los principios básicos para la artroplastia de baja fricción (LFA por sus siglas en ingles) propuesta por Sir John Charnley.

Por otra parte, las pruebas de fricción son un método muy eficaz para comparar diseños, materiales y condiciones de implantes de cadera. La medición del coeficiente de fricción puede ser utilizada también como un método indirecto para determinar la lubricación del sistema. El coeficiente de fricción de un reemplazo de cadera puede ser determinado por medio de un simulador de cadera tipo péndulo. Un ejemplo de este tipo de dispositivo es el simulador de cadera FIME I [40], en el cual los pares tribológicos se someten a una carga constante y a movimientos unidireccionales de flexión – extensión en un medio lubricado (generalmente utilizando suero bovino). En la figura 2.5 se muestran diferentes simuladores de cadera tipo péndulo.

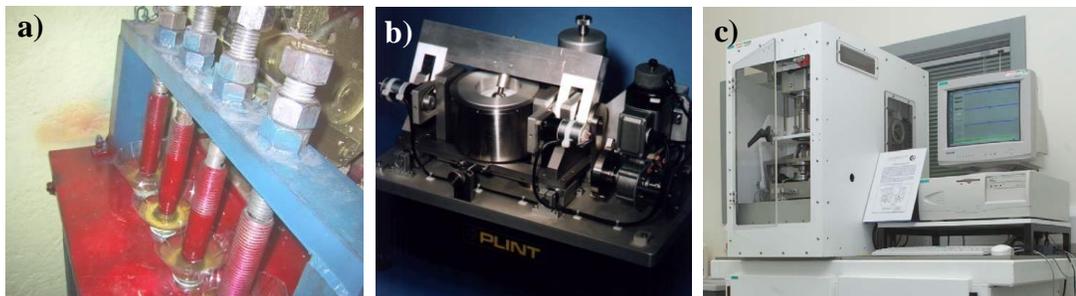


Figura 2.5 a) Simulador de cadera FIME I [40], b) simulador de cadera y de rodilla TE 89 (Plint) [41], y c) simulador de fricción en la Universidad de Leeds [1].

La medición del torque friccional ( $T$ ) es comúnmente empleada para calcular un parámetro adimensional llamado factor de fricción el cual es equivalente al  $\mu$ .

$$f = \frac{T}{R_1 W}$$

Este factor de fricción puede ser utilizado para comparar el efecto de diferentes variables tales como la combinación de materiales, el tamaño y diseño del implante, el lubricante, y los perfiles de carga y movimiento. Estos parámetros pueden ser combinados convenientemente para formar el número adimensional de Sommerfeld ( $z$ ):

$$z = \frac{\eta u R_1}{W}$$

donde  $\eta$  es la viscosidad del lubricante y  $u$  es la velocidad entrante de las superficies de contacto. En la tabla 2.5 se muestran factores de fricción comunes para varios pares tribológicos de implantes de cadera.

Tabla 2.5 Factores de fricción comunes en varios pares tribológicos de implantes de cadera [1].

Par tribológico	Factor de fricción
UHMWPE – Metal	0.06 – 0.08
UHMWPE – cerámico	0.06 – 0.08
Metal – metal	0.22 – 0.27
Cerámico – cerámico	0.002 – 0.07
Cerámico – metal	0.002 – 0.07

### 2.3.3 Lubricación

El término lubricación se refiere a la incorporación de lubricante entre dos superficies de contacto para controlar la fricción y el desgaste. Existen varios regímenes de lubricación, entre los cuales se pueden mencionar los siguientes: lubricación de película, lubricación al límite y lubricación mixta.

El régimen de lubricación se puede identificar con la variación del factor de fricción comparada contra el número de Sommerfeld, tal como se muestra en la figura 2.6.

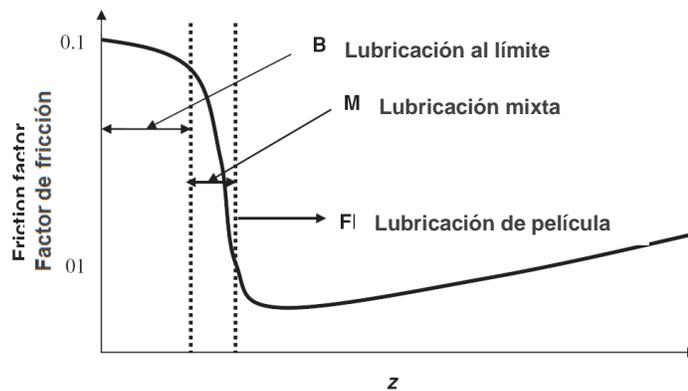


Figura 2.6 Factores de fricción asociados a los diferentes regímenes de lubricación [1].

El gráfico anterior es conocido como la curva de Stribeck, en reconocimiento a la gran contribución que realizó este ingeniero alemán en los 1920's en estudios de lubricación. En la tabla 2.6 se muestran factores comunes de fricción asociados con los diferentes regímenes de lubricación.

Tabla 2.6 Factores de fricción presentes en reemplazos de cadera lubricados con suero bovino [1].

<b>Régimen de lubricación</b>	<b>Factor de fricción</b>
Lubricación al limite	0.1 – 0.7
Lubricación mixta	0.01 – 0.1
Lubricación de película	0.001 – 0.01

Las características de cada régimen de lubricación se describen a continuación y se resumen en la figura 2.7.

### 2.3.3.1 Lubricación de película

En el régimen de lubricación de película, una capa de fluido previene el contacto solido-solido entre dos superficies en movimiento [1, 42, 43]. La lubricación de película se puede clasificar en: lubricación hidrodinámica y lubricación elastohidrodinámica.

#### *Lubricación Hidrodinámica*

En este régimen de lubricación, las superficies están completamente separadas por una película de lubricante. Tan pronto las superficies de dos cuerpos conformantes entran en movimiento, una capa delgada de fluido se interpone entre las superficies de contacto, debido al arrastre viscoso, y posteriormente es comprimida creando una presión (hidrodinámica) suficiente para soportar la carga aplicada. Este es el principio de la lubricación hidrodinámica (HD). Este régimen de lubricación es comúnmente referido como la “forma ideal de contacto” debido a que el espesor de la película de lubricante es mayor que la altura de las irregularidades o asperezas en las superficies y, por ende, el

contacto sólido no sucede. En este tipo de lubricación, el desgaste y la fricción son mínimos [1, 42, 43].

#### *Lubricación Elastohidrodinámica*

La lubricación elastohidrodinámica [1, 42, 43] se puede catalogar como una subdivisión de la lubricación hidrodinámica. En este régimen de lubricación no todas las asperezas están separadas por el lubricante y la deformación elástica de las mismas juega un papel importante en el proceso de lubricación. El espesor de película en este régimen de lubricación es más delgado que en la lubricación hidrodinámica convencional, y la carga es soportada tanto por la película elastohidrodinámica como por el contacto de asperezas en aéreas aisladas. El contacto entre asperezas depende de factores como: la rugosidad de la superficie, la presión de la película de fluido, la carga normal, además de la dureza y el módulo elástico. Bajo este régimen de lubricación se puede presentar desgaste adhesivo además de desgaste por corrosión debido a la interacción con el lubricante.

#### 2.3.3.2 Lubricación al límite

En la lubricación al límite (o también llamada “lubricación de frontera”) los sólidos no están separados por el lubricante, los efectos de la película fluida son insignificantes y existe contacto importante entre las asperezas. El mecanismo de lubricación por contacto se rige por las propiedades físicas y químicas de las películas delgadas (de proporciones moleculares) de las superficies. Las propiedades volumétricas del lubricante tienen menor importancia y el coeficiente de fricción es esencialmente independiente de la viscosidad del fluido. Las propiedades de los sólidos y la película del lubricante en las interfaces comunes determinan las características de la fricción [1,42, 43].

#### 2.3.3.3 Lubricación mixta

El régimen de lubricación mixta se presenta en una zona de transición entre los regímenes de lubricación de película (lubricación hidrodinámica/elastohidrodinámica) y

de lubricación al límite, tal como se muestra en la curva de Stribeck (figura 2.6), y los dos regímenes de lubricación pueden estar presentes [1, 42, 43]. En este régimen de lubricación se puede presentar contacto sólido más frecuentemente, pero al menos una porción de las superficies de contacto permanece soportada por una película hidrodinámica parcial. El contacto sólido entre las superficies metálicas desprotegidas puede resultar en adhesión, transferencia de material, además de formación de partículas de desgaste. El régimen de lubricación mixta es algunas veces referido también como lubricación cuasi-hidrodinámica, parcialmente fluida o lubricación de película delgada ( $0.025\text{-}2.5\ \mu\text{m}$ ).

En la figura 2.7 se presenta un esquema representativo de los diferentes regímenes de lubricación.

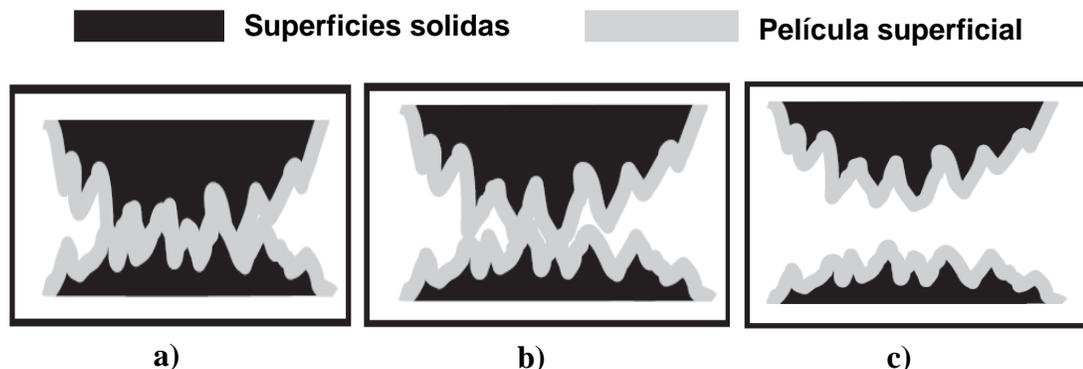


Figura 2.7 Esquema representativo de los diferentes regímenes de lubricación: a) lubricación al límite, b) lubricación mixta y, c) lubricación de película [1].

Los métodos ingenieriles convencionales para determinar los métodos de lubricación pueden ser aplicados a implantes de cadera. Estos pueden ser clasificados en dos categorías:

- Mediciones experimentales y
- Predicciones teóricas.

Los métodos experimentales involucran mediciones de fricción relacionadas con la curva Stribeck o la detección de la separación entre las superficies de contacto, empleando la técnica de la resistividad. Esta última técnica es particularmente útil en pares de contacto conductores metal-metal. Para pares tribológicos no conductores (como los que involucran superficies de contacto de UHMWPE o cerámicos) se requiere una película conductora.

Por otra parte, las predicciones teóricas están basadas en la razón  $\lambda$  (lambda) la cual se define como:

$$\lambda = \frac{h_{min}}{R_a} = \frac{h_{min}}{\left[ (R_{a\_Head})^2 + (R_{a\_cup})^2 \right]^{1/2}}$$

Una de los aspectos más importantes a considerar para determinar el potencial de la lubricación de película teóricamente es la acertada medición de la rugosidad de la superficie  $R_a$  y la predicción del espesor de la película representativa de la articulación, el cual se representa como  $h_{min}$ . Una de las ecuaciones desarrolladas para determinar el espesor de película se presenta a continuación:

$$\frac{h_{min}}{R} = 2.8 \left( \frac{\eta u}{E' R} \right)^{0.65} \left( \frac{W}{E' R^2} \right)^{-0.21}$$

El radio equivalente ( $R$ ) en la ecuación anterior depende del diámetro de la cabeza femoral ( $d$ ) y del huelgo diametral entre la cabeza femoral y la copa ( $C_d$ ), y puede ser calculado mediante la siguiente ecuación:

$$R = \frac{d(d + c_d)}{2c_d} = \frac{d}{2} \left( 1 + \frac{d}{c_d} \right)$$

La velocidad entrante ( $u$ ) puede ser calculada de la velocidad angular de la cabeza femoral ( $\omega$ )

$$u = \frac{\omega d}{4}$$

Finalmente, el modulo elástico equivalente ( $E'$ ) esta expresado como

$$E' = 2 / \left[ \frac{1 - \nu^2_{Cabeza}}{E_{Cabeza}} + \frac{1 - \nu^2_{Copa}}{E_{Copa}} \right]$$

donde (E) y ( $\nu$ ) denotan el modulo elástico y la relación de Poisson.

#### 2.3.4 Desgaste

El desgaste se define como la pérdida o remoción progresiva de material de la superficie de un cuerpo como resultado del movimiento relativo en dicha superficie [43]. La importancia del desgaste está relacionada no solo con el deterioro de la función del componente, sino también con los efectos adversos de las partículas de desgaste. Por ejemplo, las partículas de desgaste liberadas de articulaciones artificiales han demostrado causar reacciones adversas en los tejidos, tales como metalosis [44] (oscurecimiento de los tejidos suaves debido a partículas metálicas), osteolisis y, por consiguiente, desprendimiento del implante. Los estudios de desgaste se deben de enfocar tanto en el volumen de desgaste como en las características de las partículas de desgaste. De acuerdo al tipo de desgaste, este se puede clasificar de la siguiente manera:

**Desgaste abrasivo.** El desgaste abrasivo se produce cuando las asperezas de una superficie dura, o partículas duras, se deslizan sobre una superficie de igual o menor dureza causando deformación plástica o removiendo material. Se puede decir que existen dos tipos de desgaste abrasivo: desgaste abrasivo de dos y tres cuerpos, tal y como se muestra en la figura 2.8. En la abrasión por dos cuerpos (figura 2.8a), las asperezas de una superficie dura (o partículas duras) se deslizan sobre una superficie de menor dureza. Lo anterior se puede ejemplificar con la acción del pulido de una superficie. En la abrasión por tres cuerpos (figura 2.8b), la superficie dura es un tercer cuerpo, generalmente partículas pequeñas de abrasivo atrapadas entre dos superficies, siendo dichas partículas abrasivas lo suficientemente duras para desgastar una o ambas de las superficies de contacto [1, 42, 43].

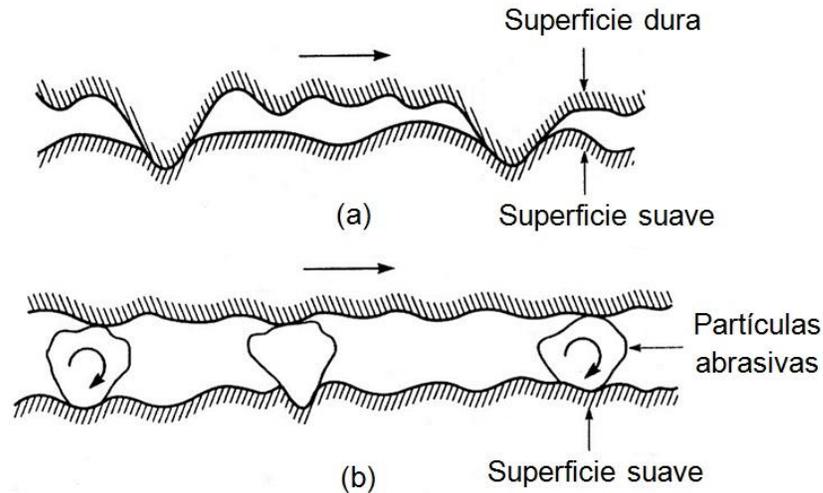


Figura 2.8 Esquema representativo del desgaste abrasivo [43].

**Desgaste adhesivo.** También conocido como desgaste por deslizamiento, el desgaste adhesivo se produce cuando dos superficies se deslizan una contra otra bajo presión, figura 2.9. La adhesión se produce por el contacto entre asperezas en la interface, al ser cizalladas por deslizamiento, lo puede resultar en el desprendimiento de un fragmento de una de las superficies adhiriéndose a la contraparte. A medida que el deslizamiento continúa, los fragmentos transferidos podrían desprenderse de la superficie sobre la que se adhirieron y ser transferidos nuevamente a la superficie original.

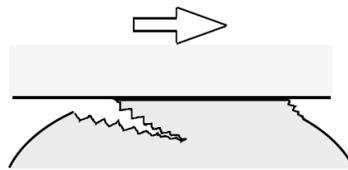


Figura 2.9 Esquema representativo del desgaste adhesivo.

**Desgaste por fatiga.** Es el desprendimiento de material como resultado de variaciones de esfuerzos cíclicos. Surge por concentración de esfuerzos mayores a los que puede soportar el material. Este tipo de desgaste incluye dislocaciones, formación de cavidades y grietas. La fatiga superficial se puede observar durante el rodamiento o deslizamiento cíclico de dos superficies. Los ciclos continuos de carga y descarga a los que se encuentran expuestos los materiales pueden inducir la formación de grietas superficiales,

con lo cual, después de un número crítico de ciclos (cientos, miles o incluso millones de ciclos) dará como resultado el desprendimiento de fragmentos de material, dejando grandes cavidades o picaduras en la superficie.

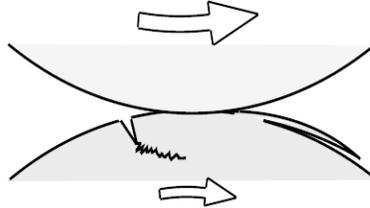


Figura 2.10 Esquema representativo del desgaste por fatiga.

**Desgaste por erosión.** Es la pérdida de material de una superficie sólida ocasionada por la corriente de un fluido el cual contiene partículas sólidas. Si no hay partículas presentes, la erosión también puede ocurrir, tal como en la erosión por lluvia y la cavitación. Este tipo de desgaste es común en turbinas de gas, tubos de escape y motores [43].

**Desgaste por corrosión.** Es el proceso en el cual se presentan reacciones químicas o electroquímicas con el ambiente, principalmente con la humedad, formando una capa de óxido en la superficie del material, seguido de la eliminación por abrasión, fatiga o erosión de dicha capa, tal como se muestra en la figura 2.11 [43].

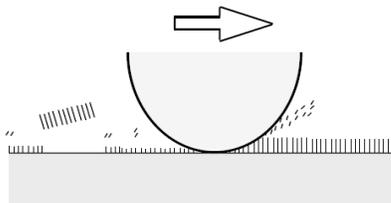


Figura 2.11 Esquema representativo del desgaste por corrosión.

Cabe señalar que los tipos de desgaste mencionados pueden ocurrir simultánea o secuencialmente. Algunos términos utilizados comúnmente para describir el desgaste en prótesis de cadera pueden estar relacionados a los mecanismos descritos anteriormente.

Existen tres leyes de desgaste:

- I. El volumen del desgaste ( $V$ ) aumenta de acuerdo a la carga normal.
- II. El desgaste ( $V$ ) aumenta conforme la distancia de deslizamiento ( $x$ ) aumenta.
- III. El desgaste disminuye conforme la dureza ( $H$ ) de la superficie de contacto aumenta.

Lo cual puede ser expresado matemáticamente como:

$$V \propto \frac{Wx}{H}$$

En la ecuación anterior, puede ser introducida una constante adimensional generalmente conocida como *coeficiente de desgaste* ( $K_1$ ) el cual se define como:

$$K_1 = \frac{VH}{Wx}$$

Actualmente, una gran variedad de equipos de laboratorio, métodos de prueba y sistemas de medición han sido empleados para medir o cuantificar el desgaste en prótesis de cadera, además de estudiar los mecanismos que lo generan. Las principales configuraciones de equipos de desgaste se listan a continuación y se muestran en la figura 2.12:

- a) Máquinas pin-on-disc
- b) Máquinas pin-on-plate
- c) Simuladores de cadera (ball-on-socket)

Los dispositivos pin-on-disc (figura 2.13) han sido ampliamente utilizados en estudios tribológicos y son sumamente útiles en la evaluación de la naturaleza del desgaste y la fricción en pares tribológicos bajo condiciones controladas, tales como la carga, la velocidad de deslizamiento y el medio ambiente (lubricación).

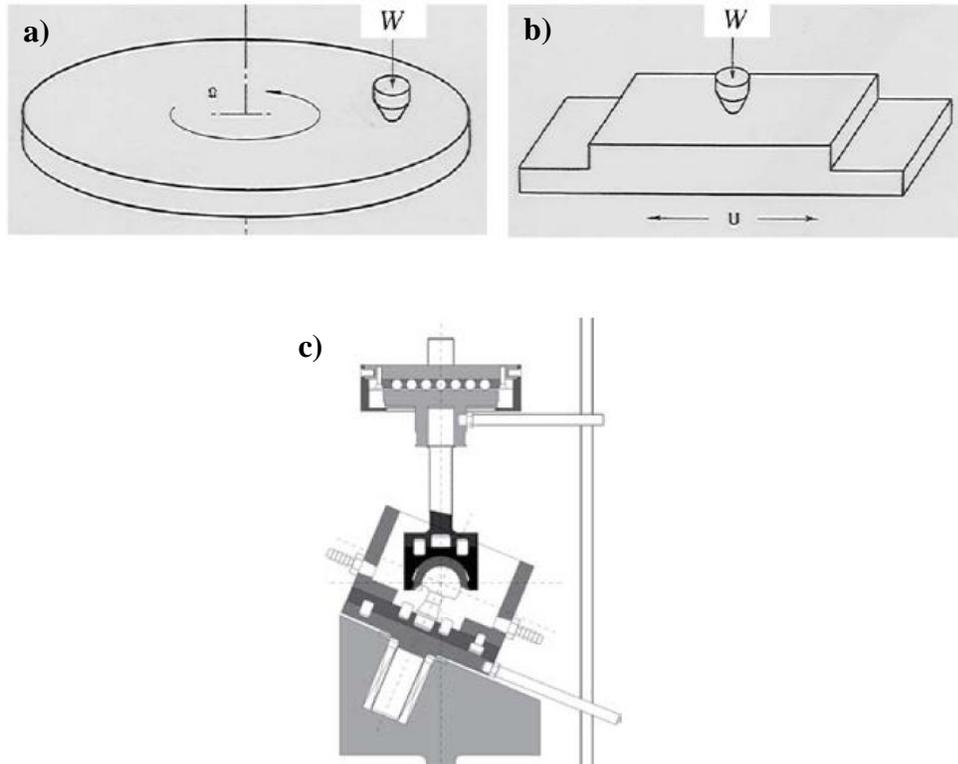


Figura 2.12 Tribómetros con geometrías simplificadas: a) pin-on-disc y b) pin-on-plate [1]; c) simulador de cadera [45].

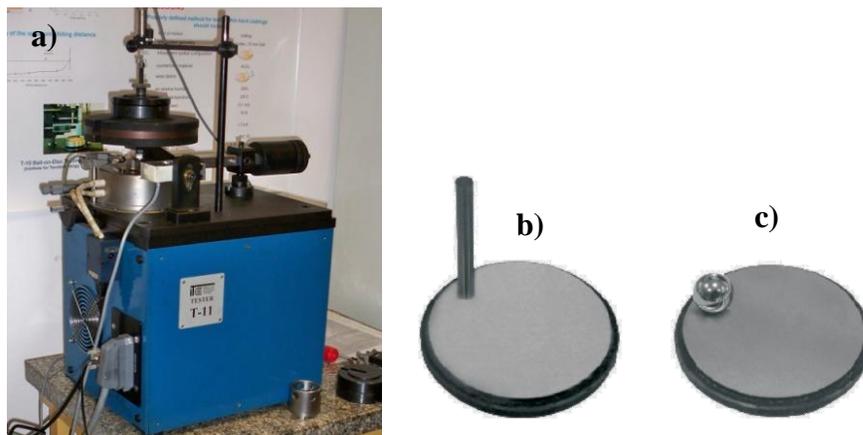


Figura 2.13 a) Máquina de desgaste T-11 con configuración pin-on-disc [46] y, pares tribológicos: b) pin-on-disc y c) ball-on-disc.

Las máquinas pin-on-plate (figura 2.14) sacrifican la velocidad de deslizamiento entre las muestras, sin embargo simulan la acción recíproca asociada ampliamente con las articulaciones de cadera.

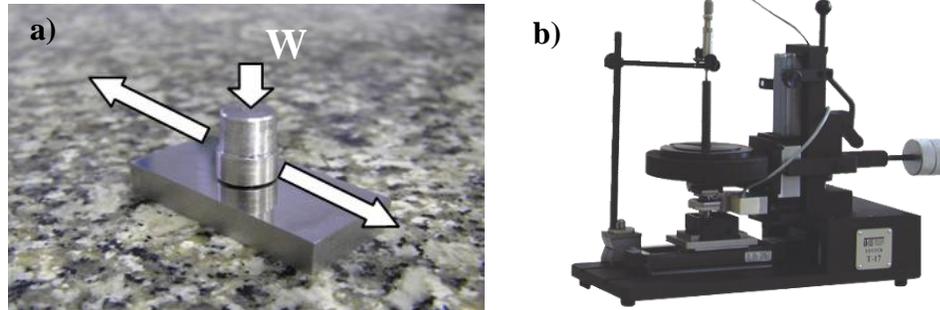


Figura 2.14 a) Par tribológico pin-on-plate (metal-metal) y, b) máquina recíproca de desgaste T -17 [47] con configuración pin-on-plate.

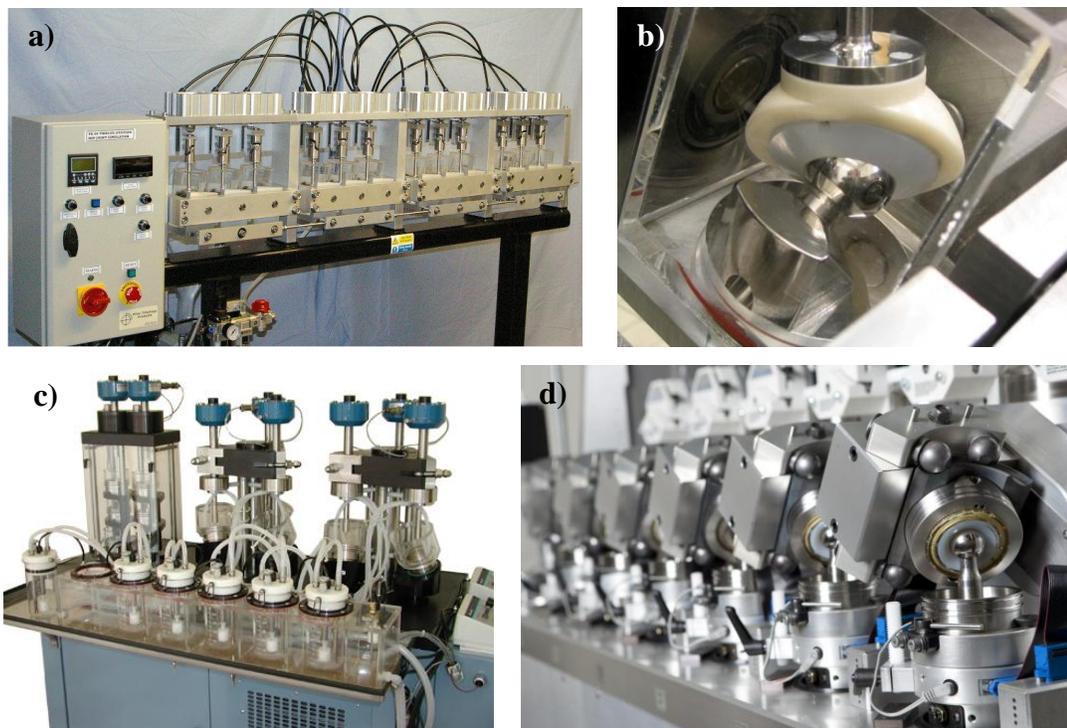


Figura 2.15 Simuladores de cadera: a) simulador de cadera HUT-4 con 12 estaciones de prueba [48], b) estación de prueba del simulador de cadera HUT-4 mostrando un par tribológico metal- UHMWPE, c) simulador de cadera Shore Western [49] y d) simulador de cadera AMTI [50].

Recientemente ha sido necesario agregar un movimiento adicional tanto a la maquina pin-on-disc como a la pin-on-plate para crear un movimiento multidireccional, particularmente para materiales de UHMWPE. Una evaluación comparativa del desempeño tribológico de diferentes diseños y materiales para prótesis de cadera requiere de simuladores de cadera. Los simuladores de cadera, tal como su nombre lo indica, simulan los movimientos tridimensionales y los patrones de carga experimentados por las articulaciones de cadera en un ambiente similar al fluido sinovial. En la figura 2.15 se muestran algunos ejemplos de simuladores de cadera académicos y comerciales.

## **2.4 Ingeniería de superficies**

El termino ingeniería de superficies comprende el cambio en las propiedades de la superficie de un material y se puede referir a un proceso de recubrimiento o a un proceso de modificación superficial [51]. Dicho de otra manera, los materiales modificados superficialmente generalmente sufren dichas modificaciones por medio de difusión de carbono o nitrógeno, o al ser recubiertos por algún otro material por lo que se incrementa su resistencia al desgaste y a la corrosión [52,53].

En el proceso de recubrimiento, un material es adherido a la superficie de otro material subyacente (sustrato) el cual es recubierto y deja de ser detectable en la superficie. En cambio, en un proceso de modificación superficial, las propiedades superficiales del material o sustrato son modificadas, pero dicho material sigue aun presente en la superficie. En algunos casos el proceso de modificación superficial puede ser empleado para modificar la superficie del sustrato antes de depositar una película o un recubrimiento. Por ejemplo, la superficie de un acero puede ser endurecida a través de un proceso de nitruración por plasma antes del depósito de un recubrimiento duro por medio de un proceso de depósito físico en fase vapor (PVD por sus siglas en inglés, physical vapor deposition). A la combinación de los dos procesos mencionados anteriormente se le conoce como tratamiento dúplex [54, 55]. En las siguientes

secciones del presente capítulo se describirán a detalle cada uno de los procesos mencionados anteriormente.

#### 2.4.1 Proceso de nitruración

La nitruración es un tratamiento termoquímico en el cual se difunde nitrógeno en la superficie de aceros y aleaciones de hierro principalmente. Este proceso de difusión se basa en la solubilidad del nitrógeno en el acero, tal como se muestra en el diagrama de equilibrio hierro-nitrógeno (Figura 2.16).

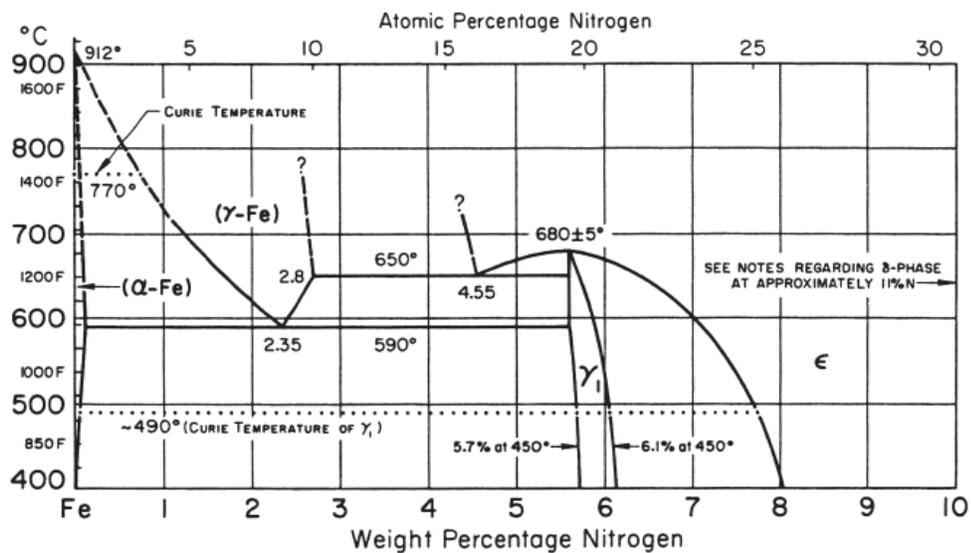


Figura 2.16 Diagrama de equilibrio de fases hierro-nitrógeno [56].

El límite de solubilidad del nitrógeno en el acero depende de la temperatura. Entre las aplicaciones de este proceso se pueden mencionar la fabricación de aeronaves, rodamientos, componentes automotrices, maquinaria textil, tornillos de extrusión, herramientas de fundición y dados de forja. Las tres principales técnicas de nitruración son: la nitruración gaseosa, la nitruración en baño de sales y la nitruración iónica o por plasma.

#### 2.4.1.1 Nitruración gaseosa

La nitruración gaseosa se realiza en hornos o cámaras con atmósfera controlada, en donde la temperatura de la pieza de trabajo se eleva entre 500 y 570°C. Durante el proceso de nitruración, la dureza superficial de la pieza de trabajo se incrementa mediante la difusión de nitrógeno en una atmósfera nitrurante compuesta principalmente por amoníaco ( $\text{NH}_3$ ). Debido a la acción del calor, el amoníaco se descompone en nitrógeno e hidrógeno. En esta descomposición, el nitrógeno (más denso que el hidrógeno) se desplaza hacia la zona inferior de la cámara, entrando en contacto con la pieza de trabajo y formando nitruros en la superficie. La penetración del nitrógeno en este tratamiento en la superficie es muy lenta, del orden de un milímetro de espesor por cada 100 horas de duración. Durante este proceso, tanto la temperatura como la concentración del gas deben de mantenerse constantes. Además, en caso de existir alguna parte de la pieza que no se desee nitrurar, se debe de introducir en una solución de estaño y plomo al 50 %, que evitará que la atmósfera de nitrógeno le afecte [57].

##### 2.4.1.1.1 Antecedentes históricos de la nitruración gaseosa

La historia de la nitruración gaseosa se remonta a los primeros años del siglo XX, cuando el ingeniero metalúrgico Adolph Machlet (quien trabajó como ingeniero metalúrgico para American Gas Company en Elizabeth, NJ, EEUU.) detectó que la técnica de endurecimiento superficial de carburación presentaba problemas de distorsión debido a los largos periodos de tiempo a los que se exponía la pieza de trabajo a elevadas temperaturas, seguido por enfriamiento severo tanto en agua como en aceite.

Mediante diferentes procesos experimentales, Machlet descubrió que el nitrógeno era muy soluble en hierro. La difusión de nitrógeno producía una superficie relativamente dura en hierros simples o aceros de baja aleación y mejoraba significativamente la resistencia a la corrosión. Lo anterior era logrado sin someter el acero a temperaturas elevadas y lo más importante, sin enfriar el acero rápidamente para incrementar la dureza superficial. La pieza de trabajo podía ahora ser enfriada libremente dentro de la

cámara de proceso, donde todavía se encontraba bajo la protección de una atmosfera rica en nitrógeno, reduciendo el riesgo de distorsión y aun así produciendo una superficie dura, resistente al desgaste y con buena resistencia a la corrosión. En este proceso, se descomponía o disociaba amoníaco ( $\text{NH}_3$ ) por efecto del calor para liberar el nitrógeno necesario. No pasó mucho tiempo antes de que Machlet descubriera que necesitaba controlar dicha descomposición con más precisión. Dicho control lo logró reduciendo la cantidad de nitrógeno en la atmosfera utilizando hidrogeno como gas diluyente, y de esta forma controlar el recubrimiento metalúrgico formado en la superficie. Su razonamiento detrás del control del gas de proceso fue el reconocimiento de lo que hoy se conoce como la "capa blanca" o "zona compuesta." La figura 2.17 muestra la estructura comúnmente obtenida mediante el proceso de nitruración.

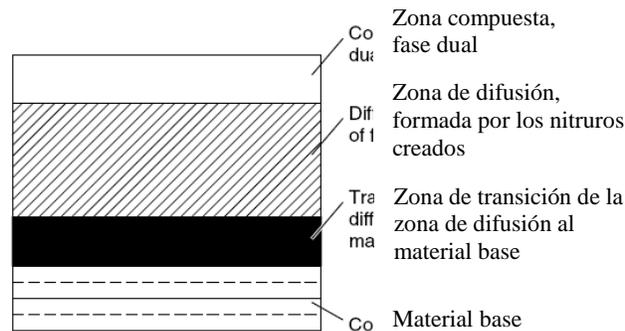


Figura 2.17 Esquema de la estructura superficial de un material nitrurado [57].

La primera patente por el desarrollo del proceso de nitruración fue solicitada en marzo de 1908 en Elizabeth, NJ Estados Unidos y fue otorgada en junio de 1913, cinco años después de la solicitud inicial. El título de la patente fue: “The Nitrogenization of Iron and Steel in an Ammonia Gas Atmosphere into which an Excess of Hydrogen Has Been Introduced” [58].

Por otra parte, un programa de investigación en paralelo estaba en marcha en la empresa Krupp Steel Works en Essen, Alemania. Este programa era dirigido por el Dr. Adolph Fry en 1906. Al igual que Machlet, Fry reconoció que el nitrógeno era muy soluble en el hierro a temperaturas elevadas. Asimismo, descubrió que los elementos aleantes tenían una fuerte influencia en los resultados metalúrgicos. La solicitud de patente fue realizada

por Fry en 1921, tres años después de que la Primera Guerra Mundial terminara. Su patente fue otorgada en marzo de 1924 [59]. Fry utilizó una técnica similar a la de Machlet, donde la fuente de nitrógeno tenía que ser descompuesta por efecto del calor para liberar nitrógeno y generar la difusión. También utilizó amoníaco como fuente de gas pero, a diferencia de Machlet, no recurrió al hidrogeno como gas diluyente, además descubrió que el proceso de nitruración producía una superficie con alta dureza solo en aceros aleados con elementos como el cromo, molibdeno, aluminio, vanadio y tungsteno, los cuales formaban lo que se conoce como “nitruros estables”.

Debido a que los aceros con alto contenido de elementos aleantes no estaban disponibles comercialmente para realizar la nitruración, Fry se convirtió en el responsable de desarrollar un grupo de aceros conocido como "Nitralloy" para la empresa Krupp. Estos aceros, especialmente diseñados como aceros para la nitruración, rápidamente llegaron a ser reconocidos internacionalmente.

A pesar de que el desarrollo del proceso de nitruración que Machlet patentó fue tecnológicamente relevante, su trabajo permaneció mucho tiempo en el olvido y sin reconocimiento alguno. La mayoría de los metalúrgicos que están familiarizados con el proceso de nitruración conocen el trabajo del investigador alemán Adolf Fry, quien es reconocido como “el padre de la nitruración”, y no el trabajo de Machlet.

#### 2.4.1.2 Nitruración en baño de sales

Poco tiempo después del desarrollo de nitruración gaseosa, se buscaron métodos alternativos para realizar el proceso de nitruración. Uno de estos métodos fue el uso de sales como fuente de nitrógeno. El proceso de baño de sales utiliza el principio de la descomposición de cianuro (CN-) y cianato (CON-) y la liberación de nitrógeno en la sal para la difusión en la superficie del acero. La nitruración en baño de sales se realiza a la misma temperatura que la nitruración gaseosa, entre 500 y 570 °C. Para ello se introduce la pieza de trabajo en un baño de sales compuesto por cianuros y cianatos en estado fundido. Durante este proceso, la superficie del material absorbe el nitrógeno dando paso

al proceso de nitruración. La principal desventaja de este proceso es que las sales requeridas para llevarlo a cabo son altamente tóxicas [57].

#### 2.4.1.3 Nitruración iónica o por plasma

El proceso de nitruración iónica o por plasma, el cual se basa en la química de la nitruración gaseosa, está dirigido a aumentar la velocidad de difusión del nitrógeno y reducir el tiempo de proceso. Esta técnica utiliza una descarga luminiscente de la reacción de gases tanto para calentar la superficie del acero como para abastecer iones de nitrógeno para el proceso de nitruración [57].

En el proceso de nitruración iónica, la reactividad del medio nitrurante no se debe a la temperatura sino al estado del gas ionizado. Esta técnica emplea campos eléctricos para ionizar moléculas en el gas alrededor de la superficie a nitrurar. Dicho gas altamente activo con moléculas ionizadas es llamado *plasma*. El plasma se genera en una mezcla de gases puros ( $O_2$ ,  $N_2$ ,  $H_2$ ,  $Ar$ ) a través de la aplicación de una diferencia de potencial.

El proceso de nitruración se realiza dentro de una cámara donde se genera vacío antes de introducir los gases de nitruración. Se establece un circuito eléctrico en el que la pieza a tratar (la cual debe ser un material conductor) funge como cátodo y frente a este se encuentra el ánodo (que puede ser el cuerpo de la cámara de vacío) colocado a potencial a tierra. El cátodo está a potencial negativo de forma que los iones de plasma sean atraídos hacia él dando lugar al bombardeo iónico o pulverización catódica (*sputtering*). Al principio del proceso se remueve el óxido de la superficie así como otras impurezas. Después, los iones de nitrógeno penetran la superficie y quedan atrapados en la estructura cristalina del material, lo que provoca el endurecimiento superficial. En la figura 2.18 se muestra un diagrama esquemático del diseño de una cámara de nitruración iónica.

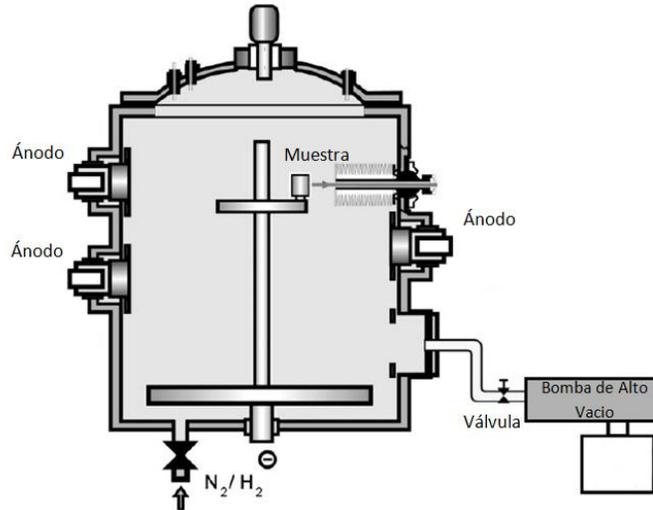


Figura 2.18 Diagrama esquemático de una cámara de vacío para realizar el proceso de nitruración iónica [60].

#### 2.4.1.3.1 Antecedentes históricos de la nitruración iónica o por plasma

El origen de esta técnica se remonta al trabajo del físico alemán, Dr. Wehnheldt, quien en 1932 desarrolló “el método de nitruración por descarga luminiscente”. Wehnheldt se encontró con severos problemas en el control de la “descarga luminiscente” por lo que se asoció con el físico y empresario suizo, el Dr. Bernhard Berghaus. Juntos estabilizaron el proceso y más tarde formaron la empresa Klockner Ionen GmbH, especializada en la fabricación de equipos de nitruración iónica. A pesar de que el proceso de nitruración iónica desarrollado por Wehnheldt y Berghaus fue utilizado exitosamente por los industriales alemanes durante la Segunda Guerra Mundial, no fue ampliamente aceptado debido a que se consideraba demasiado complejo, caro y poco confiable para garantizar resultados consistentes y repetibles. No fue sino hasta la década de 1970 que el proceso ganó la aceptación de la industria, especialmente en Europa.

La relevancia del proceso de nitruración por “descarga luminiscente” fue que no se basó en la descomposición o disociación de un gas para liberar el nitrógeno en la superficie de acero. El proceso se basaba en la ionización de un gas molecular simple, en este caso nitrógeno, y la liberación de sus iones. El proceso ofrecía un tiempo de proceso más corto debido a la preparación de la superficie del acero y la ionización del gas.

Hoy en día, la nitruración iónica es llevada a cabo en casi todos los aceros y aleaciones de hierro así como también como en metales refractarios, aluminio y materiales ferrosos sinterizados. Además, ésta técnica es comúnmente utilizada para la nitruración de aceros antes del depósito de recubrimientos duros mediante el proceso de PVD.

La nitruración iónica no es el único tratamiento que utiliza el fenómeno de la “descarga luminiscente”, ya que utilizando la combinación de gases apropiada y la cámara adecuada, la técnica de “descarga luminiscente” puede ser aplicada a los procesos de nitrocarburo, carburo, carbonitrurado además de los procesos de depósito físico y químico en fase vapor asistidos por asistidos por plasma.

#### 2.4.2 Depósito físico en fase vapor

El proceso de depósito físico en fase vapor, conocido como PVD por sus siglas en inglés (physical vapor deposition), es un proceso de depósito en el cual un material, denominado “blanco” (o por su designación en inglés: target), es evaporado de una forma sólida o líquida a la forma de átomos o moléculas y es transportado en forma de vapor a través de vacío o de un ambiente gaseoso de baja presión (o plasma) al sustrato, donde finalmente se condensa [51]. Normalmente los procesos PVD son utilizados para depositar películas con espesores en el rango nanómetros, sin embargo también pueden ser también utilizados para formar películas multicapa. Los procesos PVD se pueden utilizar para depositar películas de elementos o aleaciones, además de compuestos utilizando procesos de depósito reactivo. En los procesos de depósito reactivo, los compuestos son formados por la reacción entre el material evaporado y el ambiente gaseoso, por ejemplo, nitrógeno y titanio pueden reaccionar para formar nitruro de

titanio (TiN). Los procesos PVD se pueden clasificar en las siguientes categorías: evaporación al vacío, pulverización catódica e implantación iónica, tal como se muestra en la figura 2.19.

#### 2.4.2.1 Evaporación en vacío

La técnica de evaporación en vacío (vacuum evaporation por su designación en inglés), la cual también es llamada depósito al vacío (o por su designación en inglés: vacuum deposition), es un proceso PVD que se realiza a bajas presiones (en el rango de  $10^{-5}$  a  $10^{-9}$  Torr) dentro de una cámara de vacío y consiste calentar el material denominado “blanco” para producir un flujo de vapor que se deposite en la superficie del sustrato [51], tal como se muestra en la parte a) de la figura 2.19 y en la figura 2.20. La evaporación térmica generalmente se lleva a cabo empleando fuentes de calentamiento tales como filamentos de tungsteno o haces de electrones de alta energía. Generalmente en este tipo de procesos, los sustratos se montan a una distancia razonable de los materiales que fungen como fuente de evaporación para evitar o reducir el calentamiento por radiación del sustrato. La técnica de evaporación en vacío es utilizada para formar recubrimientos resistentes al desgaste y recubrimientos protectores contra la corrosión, entre otras aplicaciones.

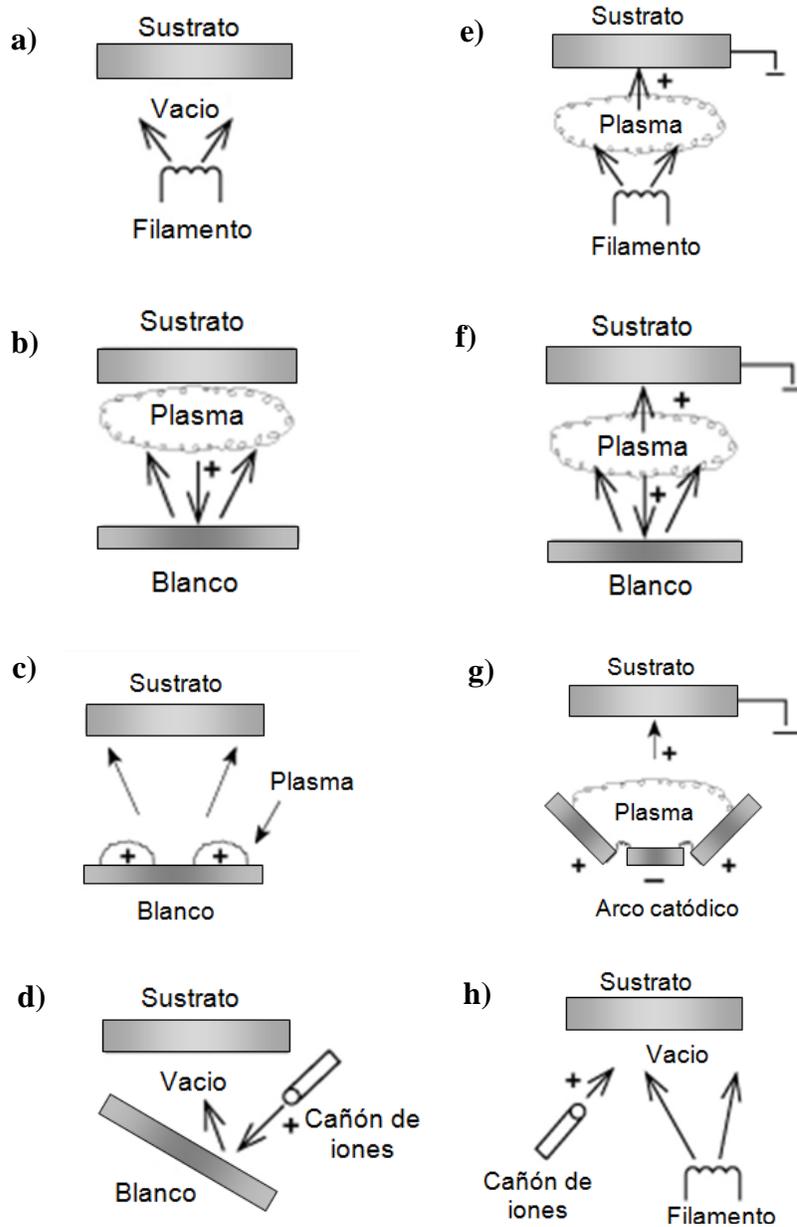


Figura 2.19 Diferentes técnicas del proceso PVD: a) evaporación en vacío; b) y c) pulverización catódica en un ambiente de plasma; d) pulverización catódica en vacío; implantación iónica: e) en un ambiente de plasma con una fuente de evaporación térmica, f) con una fuente de pulverización catódica, g) con fuente de evaporación por arco; y h) depósito asistido por haz de iones (IBAD por sus siglas en inglés) con una fuente de evaporación térmica y bombardeo iónico mediante un cañón de iones [51].

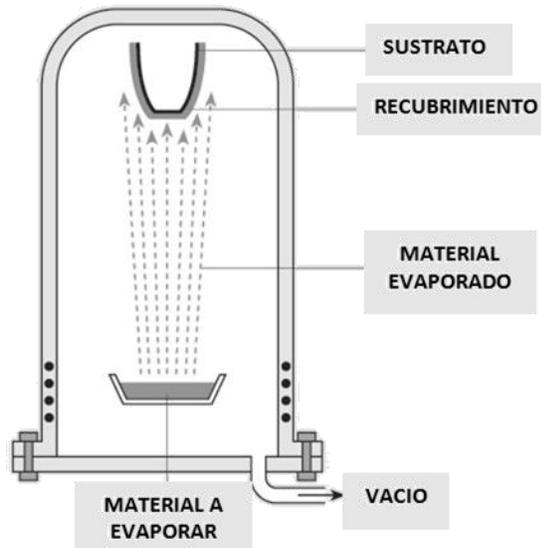


Figura 2.20 Esquema representativo del proceso de evaporación en vacío.

#### 2.4.2.2 Depósito por pulverización catódica

La técnica de depósito por pulverización catódica (o por su designación en inglés: sputter deposition) consiste en el depósito de partículas evaporadas del material denominado “blanco” (target) por el proceso físico de bombardeo iónico. El bombardeo iónico (o sputtering) es un proceso físico de evaporación donde los átomos superficiales de un material son expulsados por el bombardeo de iones energéticos. Estos iones energéticos, comúnmente son iones gaseosos (de argón o nitrógeno) acelerados de un plasma. En este proceso la distancia entre la fuente y el sustrato es más corta comparada con la distancia en el proceso de evaporación en vacío. El plasma utilizado en el proceso de pulverización catódica puede estar cerca de la superficie pulverizada o puede llenar la región entre la fuente y el sustrato, tal como se muestra en las secciones b) y c) de la figura 2.19. A estos procesos también se les conoce como depósito físico en fase vapor asistido por plasma o PAPVA por sus siglas en inglés (Plasma Assisted PVD). La fuente de pulverización o “blanco” puede ser un elemento, una aleación, una mezcla o un compuesto. Los materiales compuestos como el nitruro de titanio (TiN) y nitruro de circonio (ZrN) normalmente son depositados por pulverización catódica reactiva utilizando un gas reactivo en el plasma, en este caso nitrógeno. La pulverización

catódica es ampliamente utilizada para depositar películas delgadas en materiales semiconductores, recubrimientos en vidrio arquitectónico, recubrimientos reflectivos en discos compactos, películas magnéticas y recubrimientos decorativos [51].

#### 2.4.2.3 Implantación iónica

La técnica de implantación iónica (ion plating, por su designación en inglés) llamada también *depósito asistido por iones* (ion assisted deposition), emplea un bombardeo periódico de la película que se desea depositar mediante partículas energéticas de tamaño atómico para modificar y controlar las propiedades de la película. El material a depositar puede ser evaporado tanto por evaporación térmica (figura 2.19e), como por pulverización catódica (figura 2.19f), arco erosivo o por la descomposición precursor químico de vapor. Las partículas energéticas utilizadas para el bombardeo son normalmente iones de un gas inerte reactivo, o en algunos casos iones del material condensado de la película (iones de la película). El proceso de implantación iónica se puede realizar en un ambiente de plasma donde los iones de bombardeo son extraídos del plasma o se puede realizar también en vacío, donde los iones para el bombardeo son generados por separado en un “cañón de iones” (figura 2.19h). Esta última configuración también es llamada *depósito por haz de iones* (o por su designación en inglés: Ion beam assisted deposition, IBAD). Empleando un gas reactivo en el plasma, se pueden depositar películas de materiales compuestos. La implantación iónica puede proveer recubrimientos densos a presiones de gas relativamente altas donde la dispersión del gas puede aumentar la cobertura de la superficie. Esta técnica es usada para depositar recubrimientos duros de materiales compuestos y recubrimientos ópticos con altas densidades [51].

### 2.4.3 Recubrimientos duros

Como se mencionó anteriormente, los materiales se desempeñan más eficientemente cuando son modificados superficialmente, ya sean recubiertos o tratados superficialmente. El uso de las técnicas de depósito tanto físico como químico en fase vapor se ha incrementado notablemente en los últimos años. A la fecha se pueden identificar tres generaciones de recubrimientos duros: los llamados recubrimientos de primera generación, tales como el nitruro de cromo CrN y el nitruro de titanio TiN los cuales son ampliamente utilizados en aplicaciones industriales; los recubrimientos binarios y ternarios de segunda generación, tal es el caso del carbo-nitruro de titanio TiCN y del nitruro de titanio aluminio TiAlN; además los recubrimientos de tercera generación: recubrimientos multicomponente y multicapa [61].

Debido a la gran diferencia de propiedades entre el sustrato y los recubrimientos, no todos los sistemas han sido exitosos. Entre los parámetros más importantes a considerar en un recubrimiento son: la dureza, el modulo elástico, el coeficiente de expansión térmica, la estructura cristalina, la adhesión y la compatibilidad química del recubrimiento y el sustrato [61].

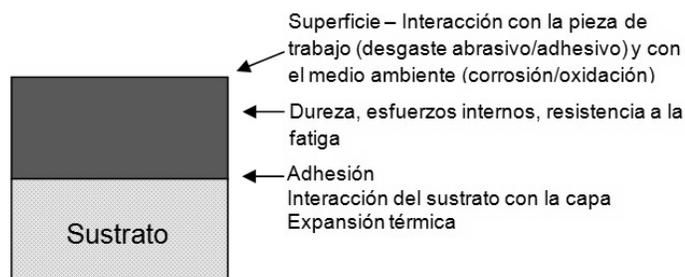


Figura 2.21 Fundamentos de un sistema de recubrimiento.

Generalmente se aplican una o más capas intermedias entre el recubrimiento y el sustrato para mejorar la compatibilidad entre ellos, principalmente para empatar el enlace químico y los coeficientes de expansión térmica [61].

Actualmente existe una gran variedad de términos en la literatura para describir los recubrimientos. Modificando la composición del recubrimiento se pueden obtener, tanto recubrimientos **multicomponentes** (binarios, ternarios, soluciones solidas), así como recubrimientos **multi-fases/compósitos** (soluciones solidas y/o compuestos intermetálicos).

Dependiendo del tamaño y la distribución de las fases secundarias en la matriz primaria, un recubrimiento puede ser llamado **multifase** o **compósito**. El término “**multifase**” (o “poli-fase”) es empleado cuando ambas fases están igualmente presentes y ninguno de ellos es continuo. El término “**compósito**” es utilizado cuando una fase está dispersa en una matriz la cual es continua. Incluyendo estos recubrimientos, es posible aplicarlos a un sustrato para crear recubrimientos multicapa o gradientes.

El término “**recubrimiento gradiente**” se refiere a un sistema cuya composición varia gradualmente de una capa a otra, no existe transición repentina. Sin embargo el término “capas gradiente” ha sido también utilizado para representar un recubrimiento **multicapa** teniendo transiciones bruscas en composición entre capas [62]. Los compósitos microlaminados, son recubrimientos **multicapa** los cuales consisten en alternar capas de dos diferentes materiales [63]. La figura 2.22 muestra esquemáticamente estas variaciones entre capas.

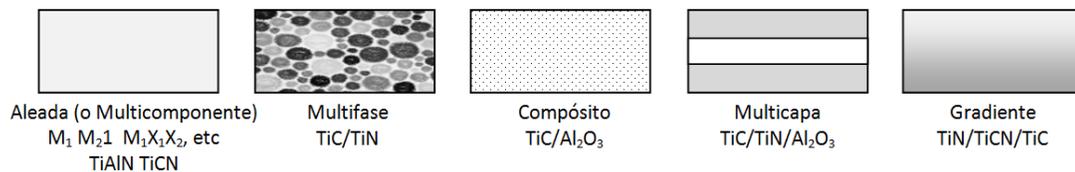


Figura 2.22 Representación esquemática de la estructura de diferentes tipos de de recubrimientos [61].

### 2.4.3.1 Recubrimientos multicomponente

Inicialmente, mononitruros y monocarburos eran producidos como materiales de recubrimiento en varios sustratos para mejorar la resistencia al desgaste y a la corrosión. En la tabla 2.7 se listan varios boruros, carburos, nitruros y óxidos los cuales pueden ser empleados principalmente para mitigar el desgaste y la corrosión [63].

Tabla 2.7 Carburos, nitruros, óxidos y boruros empleados para mejorar la resistencia al desgaste y la corrosión [63].

<b>Carburos</b>	<b>Nitruros</b>	<b>Óxidos</b>	<b>Boruros</b>
<b>Cerámicos resistentes a la corrosión</b>			
SiC	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiB
HfC	HfN	SiO <sub>2</sub>	MoB
ZrC	ZrN	TiO <sub>2</sub>	WB
	TiN	ZrO <sub>2</sub>	NbB <sub>2</sub>
		CrO <sub>2</sub>	TaB <sub>2</sub>
		MgO	ZrB <sub>2</sub>
<b>Cerámicos tribológicos</b>			
TiC	TiN	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiB <sub>2</sub>
HfC	HfN	SiO <sub>2</sub>	MoB
ZrC	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	TiO <sub>2</sub>	WB
SiC	BN	ZrO <sub>2</sub>	NbB <sub>2</sub>
Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	ZrN	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	TaB <sub>2</sub>
Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	TaN	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrB <sub>2</sub>
TaC	AlN	HfO <sub>2</sub>	HfB <sub>2</sub>
WC	NbN	V <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	VB

En la tabla 2.8 también se muestran varios compuestos utilizados como recubrimientos. Estos compuestos están basados principalmente en metales de transición y elementos de los grupos IV y VI de la tabla periódica. Así como los metales forman aleaciones, estos mononitruros y monocarburos pueden formar nitruros y carburos binarios (sistemas de fase ternarios) agregándoles un elemento metálico adecuado.

Tabla 2.8 Compuestos utilizados como recubrimientos para aplicaciones tribológicas [61].

	IV B			V B			VI B			III A		IV A
	Ti	Zr	Hf	V	Nb	Ta	Cr	Mo	W	B	Al	Si
B	•	•				•						
C	•	•	•	•	•	•	•		•	•		•
N	•	•	•	•	•	•	•	•		•	•	•
O	•	•					•				•	
CN	•											
ON	•											
OC	•											
OCN	•											

#### 2.4.3.2 Recubrimientos multicapa

Como se mencionó anteriormente, la adhesión entre el recubrimiento y el sustrato debe de ser elevada para que el recubrimiento sea exitoso. Para mejorar la adhesión y otras propiedades mecánicas y físicas, se pueden aplicar una o más capas intermedias. Los recubrimientos multicapas también pueden ser producidos por un amplio rango de técnicas entre las cuales incluyen la PVD y la técnica de depósito químico en fase vapor (CVD por sus siglas en inglés, chemical vapor deposition).

Por otra parte, se ha reportado que los sistemas de recubrimiento multicapa se desempeñan mejor que recubrimientos sencillos de primera generación o de doble capa, sobre todo en operaciones de corte metálico a altas velocidades [64]. Un ejemplo exitoso de recubrimientos multicapas es el utilizado en herramientas de corte, un sistema con capas alternadas de TiCN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y TiN [65]. En la figura 2.23 se muestra la microestructura de este recubrimiento.

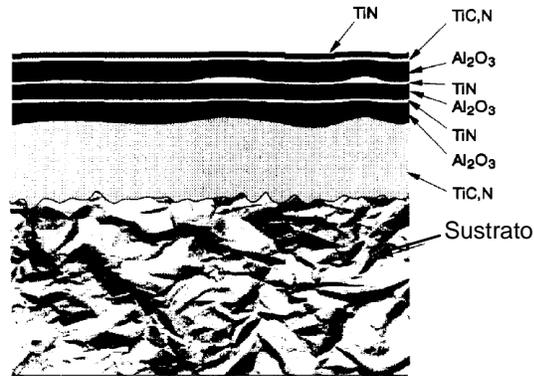


Figura 2.23 Esquema representativo de un recubrimiento multicapa aplicado a una herramienta de corte [66]

Por otra parte, se ha concluido que la resistencia al desgaste y al agrietamiento térmico de los sistemas de recubrimiento multicapa es superior que al de los recubrimientos de primera generación. Algunos investigadores [67, 68] han estudiado los mecanismos de desgaste de sistemas de recubrimiento multicapa, sugiriendo que el desgaste de esos recubrimientos ocurre por un “mecanismo de desgaste multicapa” donde el desprendimiento de material se presenta capa por capa. Tal mecanismo se muestra esquemáticamente en la figura 2.24. Debido a que hay más interfaces en el recubrimiento multicapa, se tiene la hipótesis de que las grietas son desviadas por las interfaces.

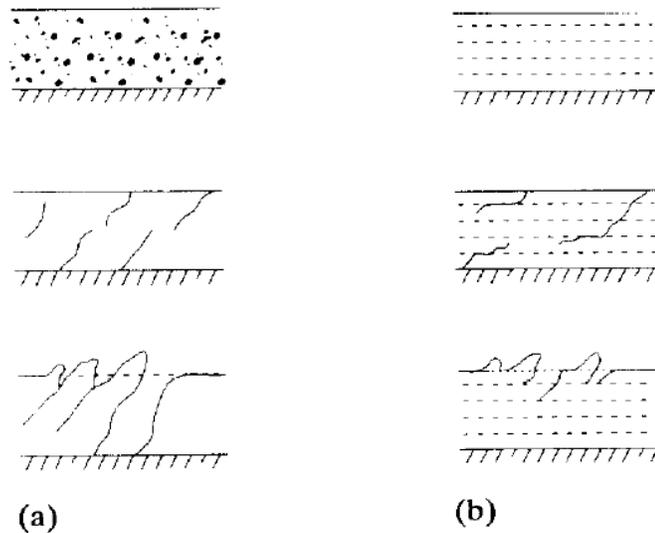


Figura 2. 24 Mecanismos de desgaste en recubrimientos: a) monocapa; b) multicapa [67].

# Capítulo 3

## EXPERIMENTACIÓN

### 3.1 Diseño de la experimentación

#### 3.1.1 Introducción

En el presente capítulo se describe la experimentación realizada durante el presente proyecto, la cual consistió en las siguientes etapas: preparación de muestras, tratamientos superficiales, caracterización y pruebas tribológicas y de corrosión.

El objetivo principal del presente trabajo fue mejorar la resistencia al desgaste de prótesis totales de cadera metal-metal de aleación Co-Cr incrementando la dureza superficial de las cabezas femorales por medio de tratamientos superficiales. Bajo este contexto, fue necesario fabricar cabezas femorales prototipo de aleación Co-Cr forjada así como también muestras para caracterización y evaluación tribológica, las cuales fueron sometidas a diferentes tratamientos superficiales, tales como: nitruración iónica, recubrimiento por PVD y tratamientos dúplex. Cabe mencionar que, debido a la escasa información encontrada en la literatura sobre el proceso de nitruración iónica en aleaciones de Co-Cr, previo a los tratamientos superficiales PVD y dúplex, fue necesario realizar varios procesos de nitruración iónica con diferentes parámetros de proceso, a fin de seleccionar las condiciones óptimas para la nitruración iónica de esta aleación, esto en base a parámetros tales como el espesor de la capa de nitrurado, la rugosidad, la dureza y el modulo elástico. Posteriormente, se realizó una caracterización exhaustiva de las diferentes condiciones superficiales creadas analizando parámetros como espesor de la capa, dureza, modulo de elasticidad, rugosidad, adhesión de los recubrimientos, composición elemental, morfología y estructura cristalina. Finalmente se evaluó el desempeño tribológico y la resistencia a la corrosión. Las pruebas de corrosión se

realizaron mediante la técnica polarización potenciodinámica mientras que el desempeño tribológico de las superficies creadas se evaluó bajo diferentes condiciones utilizando dos diferentes dispositivos tribológicos: una máquina de desgaste pin-on-disc (POD) y un simulador de cadera triaxial. Este último dispositivo permitió evaluar el comportamiento tribológico de los pares metal-metal prototipo en condiciones de movimiento, lubricación y carga muy similares a las que se enfrenta una prótesis de cadera implantada en el cuerpo humano. A través del presente capítulo se describe a detalle cada uno de los equipos y parámetros empleados durante las diferentes etapas de la experimentación mencionadas anteriormente.

### 3.1.2 Plan Experimental

En la figura 3.1 se presenta de manera esquemática los pasos que se siguieron durante la experimentación.

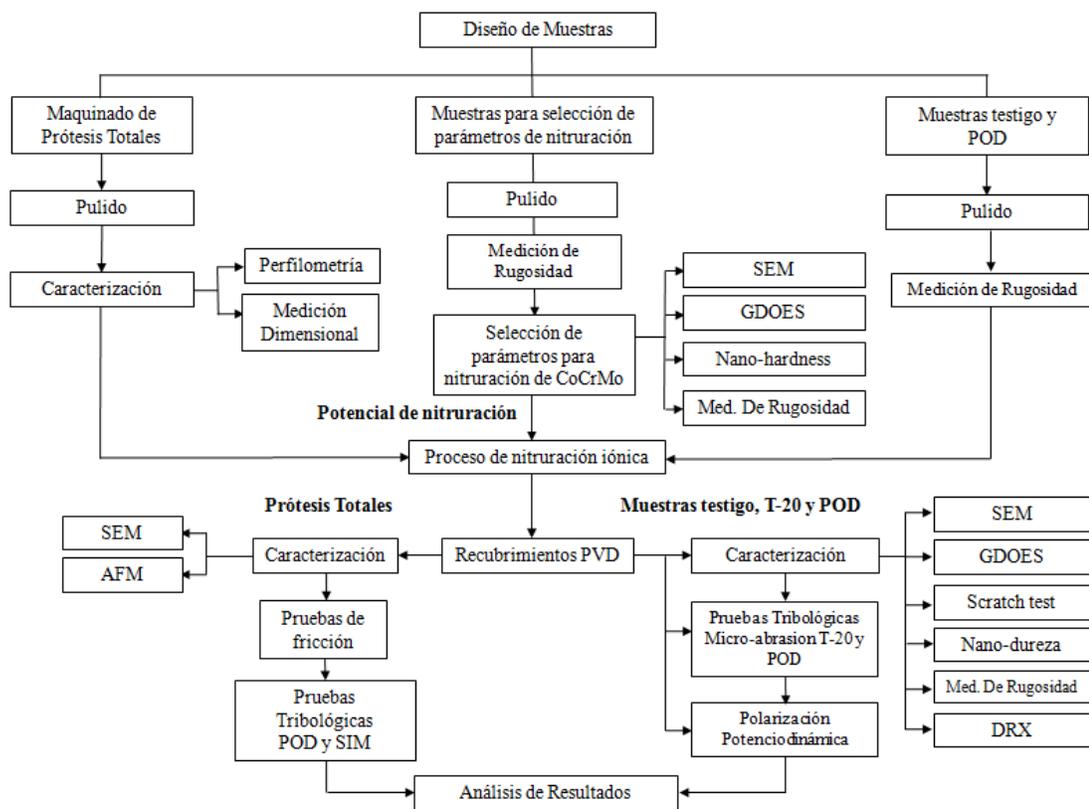


Figura 3.1 Esquema del plan experimental.

### 3.2 Materiales y preparación de muestras

Actualmente, los implantes ortopédicos metálicos son fabricados principalmente de acero inoxidable, aleaciones de titanio y aleaciones base cobalto. Una de las aleaciones biocompatibles base cobalto más populares es sin duda la aleación de CoCrMo. Los dos elementos básicos de estas aleaciones de Co-Cr (cobalto y cromo) forman una solución sólida de hasta 65% Co. El molibdeno se agrega para producir granos más finos. El cromo mejora la resistencia a la corrosión además de fortalecer la solución sólida de la aleación [68]. La mayoría de los implantes ortopédicos fabricados de aleaciones CoCrMo son piezas fundidas o vaciadas de esta aleación. Sin embargo, la fundición puede tener algunas desventajas entre las cuales se pueden mencionar: un tamaño de grano grande, estructura dendrítica con segregación, defectos de fundición, además de una resistencia a la tracción y a la fatiga menor comparada con las aleaciones forjadas. Estas desventajas se pueden evitar utilizando las aleaciones Co-Cr forjadas. Debido a lo anterior, las muestras utilizadas en el presente proyecto fueron fabricadas una aleación Co-Cr forjada conocida como BioDur producida por la empresa Carpenter. Esta aleación es la versión forjada de la aleación CoCrMo ASTM F75 y cumple con las especificaciones ASTM F799, ASTM F1537, ISO 5832-12, e ISO 5832-12. Las muestras fabricadas de esta aleación fueron: cabezas femorales prototipo y muestras planas para caracterización y pruebas tribológicas, las cuales se describirán más a detalle en el presente capítulo. La contraparte de las cabezas femorales, las copas acetabulares, fueron producidas por la técnica de fusión y vaciado de precisión utilizando la aleación base cobalto ASTM F75 [69] en otro proyecto [40].

La composición química tanto de las aleaciones base cobalto mencionadas anteriormente se muestra en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1 Composición química de las aleaciones base cobalto utilizadas en el presente proyecto.

Aleación	Cr	Mo	Si	Ni	Fe	Ni	Mn	C	Co
BioDur (Carpenter)	27.13	5.53	0.63	0.13	0.21	0.13	0.79	0.05	Bal
ASTM F75	27.9	6.51	0.7	0.24	0.7	0.24	0.39	0.31	Bal

### 3.2.1 Fabricación de muestras prototipo metal-metal

#### 3.2.1.1 Diseño de muestras prototipo metal-metal

Como se mencionó en el capítulo anterior, las prótesis totales de cadera están compuestas por una cabeza femoral y una copa acetabular. Las muestras prototipo metal-metal fueron diseñadas con el objetivo de realizar pruebas tribológicas en el simulador de cadera FIME II, por lo que el diseño de los vástagos es muy diferente a los de las prótesis reales, los cuales están diseñados para embonar en el fémur del cuerpo humano. Uno de los parámetros más importantes de los implantes de cadera metal-metal es el huelgo diametral entre la copa y la esfera, el cual tiene una gran influencia en el desgaste [70, 71]. Las muestras prototipo fueron diseñadas con huelgos diametrales en el rango de 80 a 100  $\mu\text{m}$ . En la figura 3.2 se muestra el diseño de las cabezas femorales prototipo utilizadas durante la experimentación. Como se puede apreciar en la figura 3.2, el diseño de la cabeza femoral prototipo consiste en tres cuartas partes esfera con 31.5 mm de diámetro además de un vástago cilíndrico de 6.4 mm de diámetro y 20.17 mm de altura. En el vástago se encuentra un agujero pasado de 5 mm de diámetro el cual se utiliza para fijar la muestra en el simulador de cadera y evitar la rotación del implante durante las pruebas tribológicas.

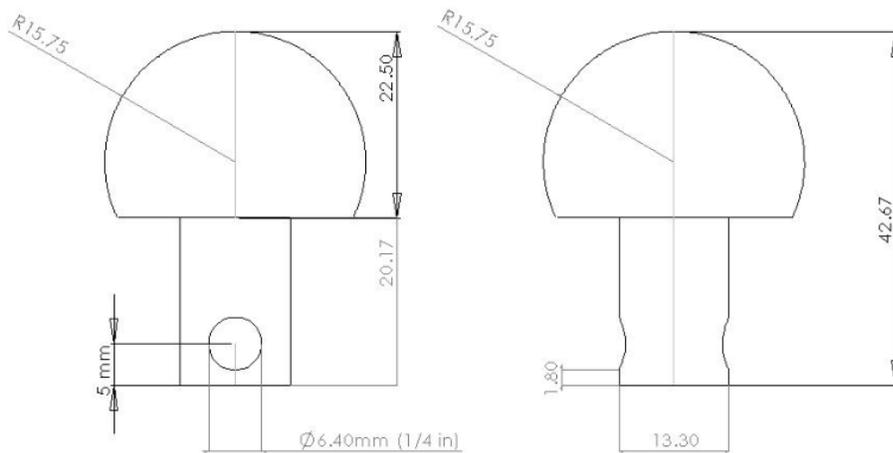


Figura 3.2 Diseño de las cabezas femorales prototipo.

Por otra parte, el diseño de las copas acetabulares, el cual se muestra en la figura 3.3, no es muy diferente al de las copas acetabulares reales. En este diseño se implementó un vástago cilíndrico, el cual fue utilizado para fijar las copas acetabulares al simulador de cadera. Las copas acetabulares prototipo consisten básicamente en una semiesfera (esfera partida por la mitad) de 45 mm de diámetro, la cual aloja una cavidad semiesférica de 31.5 mm diámetro por el lado plano y un vástago cilíndrico con 18 mm de diámetro y 20 mm de longitud por el lado esférico, tal como se muestra en la figura 3.3. La cavidad semiesférica es la característica clave de la copa acetabular, ya que ahí es donde embona la cabeza femoral. Cabe mencionar que los vástagos de las muestras prototipo se rediseñaron de acuerdo a los requerimientos del simulador de cadera FIME II.

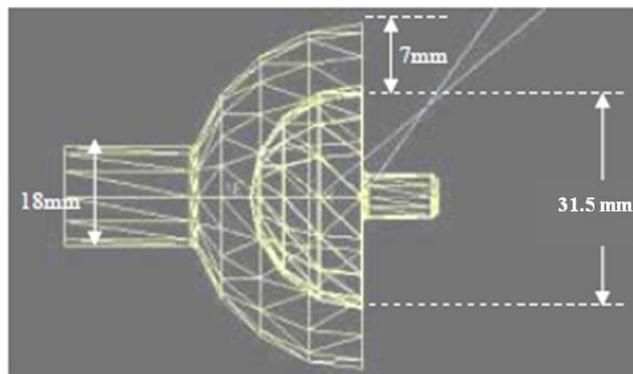


Figura 3.3 Diseño de la copa acetabular prototipo [40].

### 3.2.1.2 Fabricación de muestras prototipo

La fabricación de implantes totales de cadera metal-metal requiere de equipos de gran precisión, por lo cual las muestras prototipo utilizadas en el presente proyecto se maquinaron en dos diferentes empresas utilizando tornos de control numérico. Las cabezas femorales prototipo se maquinaron a partir de una barra de aleación CoCrMo forjada ASTM F1537-08 de 31.75 mm de diámetro y las copas acetabulares fueron producidas por el método de fusión y vaciado de precisión en otro proyecto [40] utilizando la aleación base cobalto ASTM F75 con alto contenido de carbono.

El primer paso del proceso de fabricación de las muestras prototipo fue el maquinado las cabezas femorales, el cual se llevó a cabo en la empresa MIRGSA S.A. de C.V. ubicada en Guadalupe N.L. Antes de maquinar las cabezas femorales utilizando la barra de aleación Co-Cr forjada, se realizaron varias pruebas en otro material para establecer las velocidades tanto de avance como de maquinado del torno CNC, necesarias para lograr el acabado superficial requerido, así como el mínimo error de forma en la esfera.

El proceso de maquinado de las copas acetabulares se realizó en la empresa HEMAQ ubicada en San Nicolás de los Garza N.L. utilizando un torno CNC OKUMA modelo HERITAGE ES-L8, el cual se muestra en la figura 3.4. Este proceso se realizó casi un año después del maquinado de las cabezas femorales prototipo debido a que para maquinar la cavidad esférica de las copas acetabulares y alcanzar los huelgos diametrales establecidos (80-100  $\mu\text{m}$ ), había que tener las dimensiones finales de las cabezas femorales, las cuales pasaron por un proceso de pulido además de varios tratamientos superficiales, los cuales se realizaron durante una estancia doctoral en el extranjero y se explicarán a detalle más adelante en el presente capítulo. Cabe mencionar que el proceso de maquinado de las copas acetabulares fue uno de los puntos cruciales en el presente proyecto de investigación, ya que como se mencionó anteriormente, de este proceso dependía el huelgo diametral de pares totales de cadera utilizados en las pruebas tribológicas.



Figura 3.4 Torno CNC OKUMA modelo HERITAGE ES-L8 utilizado para maquinarse las copas acetabulares.

Debido a las propiedades mecánicas del material, el proceso de maquinado de las copas acetabulares se tornó un tanto complicado utilizando herramientas convencionales, por lo que se requirió de insertos de carburo de tungsteno (WC) SANDVIK COROMANT modelo DCGT 2(1.5)2-UM 1025, además de una barra de desbaste interno (COROTURN 107 modelo A10K-SDXCR 2-R) capaz de alcanzar las profundidades de desbaste necesarias para realizar el maquinado de la cavidad semiesférica. Al igual que con las cabezas femorales, antes de realizar el maquinado de las copas se realizaron varias pruebas en otro material para establecer las velocidades tanto de avance como de maquinado del torno CNC, tal como se muestra en la figura 3.5.

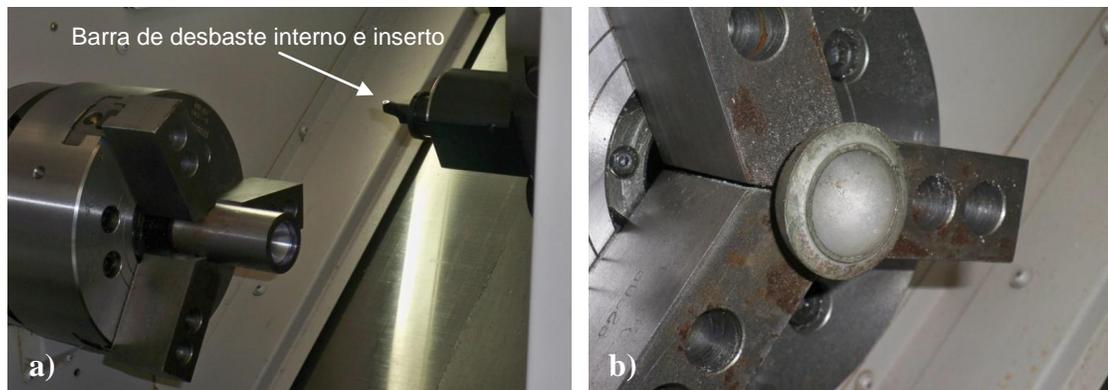


Figura 3.5 a) Pruebas preliminares al maquinado de las copas acetabulares y b) copa de aleación CoCrMo ASTM F75 producida por la técnica de fusión y vaciado de precisión.

Cabe mencionar que tanto en los procesos de maquinado tanto de las cabezas femorales como de las copas acetabulares se calculó un excedente de material de las dimensiones de las piezas considerando el proceso de pulido, en el cual las dimensiones finales se reducen 10  $\mu\text{m}$  aproximadamente [40].

### 3.2.1.3 Proceso de pulido de las muestras prototipo

Para el pulido de las muestras se implemento un procedimiento diseñado por el Dr. Marco A. Hernández [40] con el cual es posible alcanzar el acabado final superficial requerido por implantes quirúrgicos. En este procedimiento se aplica la técnica de acabado superficial conocida como “superfinishing”. El procedimiento propuesto por el Dr. Hernández se describe a continuación.

- 1) Se inicia montando una de las muestras en el chuck de un taladro (fig. 3.6a) para comenzar con el pulido de la muestra en forma manual, tal como se muestra en la figura 3.6b, utilizando una lija de carburo de silicio SiC malla 500. El pulido se realiza perpendicularmente a la trayectoria de los surcos dejados por el proceso de maquinado en el torno CNC. Esta etapa concluye una vez que desaparecen las huellas del maquinado.

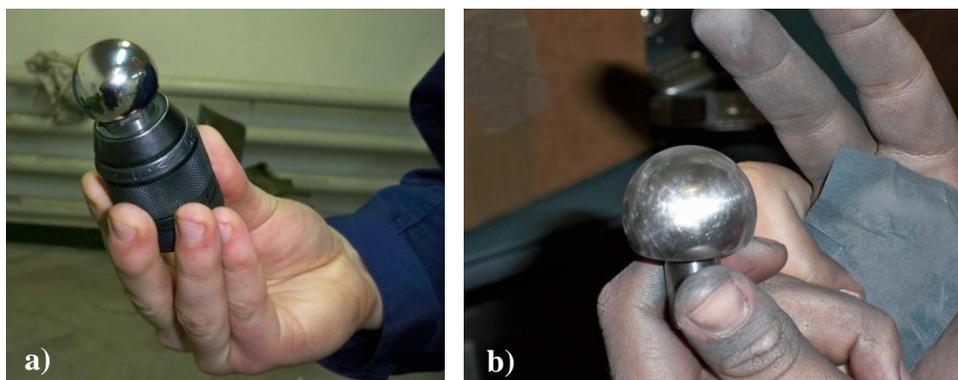


Figura 3.6 a) Esfera montada en el chuck del taladro y b) pulido manual.

- 2) Una vez que desaparecen las marcas hechas por el maquinado y sólo existen las marcas dejadas por la lija 500, se enciende el taladro a una velocidad aproximada

a las 500 rpm para lijar con malla 600 perpendicularmente al sentido de las huellas dejadas por la lija anterior (malla 500), esto se realiza hasta obtener solamente huellas de esta lija.

- 3) Posteriormente, se inmoviliza el chuck y se lija manualmente con la malla 1200 perpendicularmente a las huellas dejadas por la lija 600 hasta que desaparecen.
- 4) Se enciende el taladro nuevamente y se procede a lijar la muestra prototipo con la lija de malla 2400 en sentido perpendicular a la lija de malla 1200 hasta haber eliminado sus huellas.
- 5) Finalmente se pule utilizando tres diferentes grados de alúmina;  $1\mu\text{m}$ ,  $0.3\mu\text{m}$ . y  $0.05\mu\text{m}$ . Lo anterior se realiza con la ayuda de tres paños, en los cuales se contiene la alúmina en suspensión con agua (se utiliza un paño por cada grado de alúmina). El paño se aplica de forma manual haciendo contacto multidireccional con la superficie de la muestra durante periodos de tiempo para cada alúmina hasta logra el acabado espejo, tal como se muestra en la figura 3.7.



Figura 3.7 Acabado final de las muestras prototipo.

### 3.2.2 Preparación de muestras planas

Además de las muestras prototipo, se fabricaron tres conjuntos de muestras planas a partir de la misma barra de aleación Co-Cr forjada, las cuales fueron sometidas a los mismos tratamientos superficiales que las muestras prototipo con el objetivo de realizar los cortes transversales y las pruebas destructivas requeridas por la caracterización, cuidando la integridad de las muestras prototipo, además de realizar las pruebas tribológicas necesarias para evaluar la resistencia al desgaste de las condiciones superficiales obtenidas. Las características de los diferentes conjuntos de muestras se describen a continuación:

- 1) Se fabricó un conjunto de muestras cilíndricas de 30 mm de diámetro con 6 mm de espesor, las cuales se utilizaron como muestras testigo para realizar la caracterización de las condiciones superficiales obtenidas después de los diferentes tratamientos superficiales.
- 2) Un conjunto de muestras cilíndricas de 25.4 mm de diámetro con 6 mm de espesor con las cuales se realizaron pruebas tribológicas de micro-abrasión. Las dimensiones de las muestras fueron establecidas de acuerdo a los requerimientos de la máquina de micro-abrasión T-20.
- 3) Además de las muestras cilíndricas, se fabricó un conjunto de muestras rectangulares de 36 mm de largo por 17 mm de ancho con 6 mm de espesor con el objetivo de realizar pruebas tribológicas en la máquina reciprocante de desgaste T-17. Finalmente esas pruebas no realizaron y las muestras fueron cortadas por la mitad para realizar pruebas de desgaste en una máquina pin-on-disc. Los detalles de las pruebas tribológicas mencionadas anteriormente se describen más adelante en el presente capítulo.

Las muestras utilizadas durante las diferentes etapas de la experimentación durante el presente proyecto se muestran en la figura 3.8.



Figura 3.8 Muestras de aleación CoCrMo ASTM F1537-08 fabricadas para las diferentes etapas de la experimentación.

Las muestras se pulieron a acabado espejo en una pulidora automática Struers RotoPol-11 utilizando tres diferentes discos de pulido comerciales (discos marca Struers, modelos: MD Piano 120, MD Allegro y MD Dac) de 200 mm de diámetro con diamante como abrasivo. Con este sistema de de discos de pulido la tarea del pulido se simplificó considerablemente comparado contra el proceso de pulido convencional con lijas de SiC. Las muestras se pulieron durante cuatro minutos con cada disco de pulido bajo una carga constante de 30 N y una velocidad de 150 RPM. El proceso de pulido con el disco MD Piano 120 se lubricó con agua, mientras que los procesos de pulido utilizando los discos MD Allegro y MD Dac se lubricaron con soluciones de partículas de diamante de 9 y 3 $\mu$ m respectivamente. En la figura 3.9 se muestra la pulidora automática y una muestra durante el proceso de pulido y en la figura 3.10 se muestran los diferentes discos de pulido. Las muestras rectangulares siguieron el mismo proceso, solo que de forma manual.

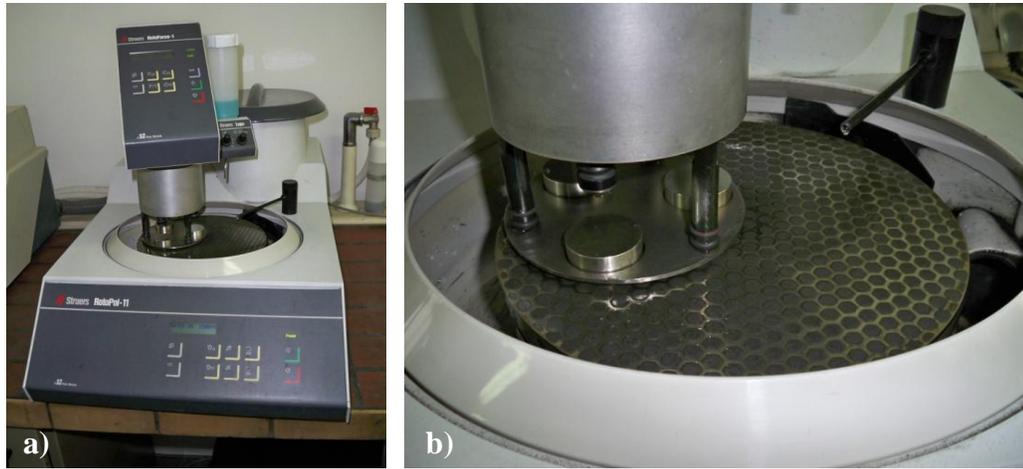


Figura 3.9 a) Pulidora automática Struers RotoPol-11 y b) muestra durante el proceso de pulido.

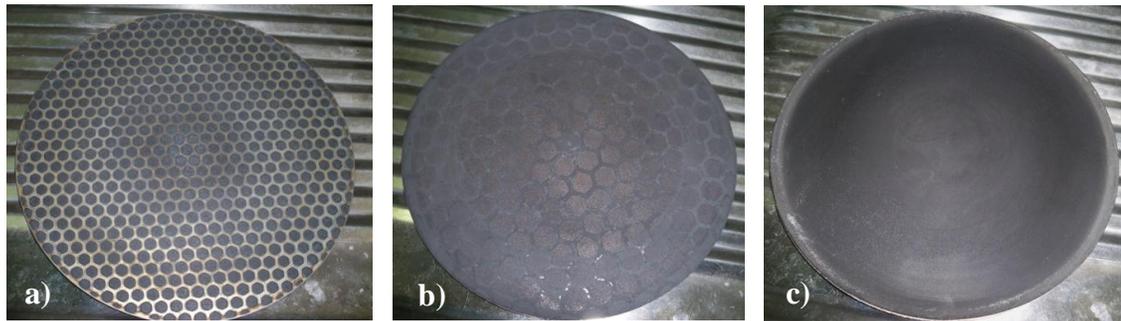


Figura 3.10 Discos de pulido Struers a) MD Piano 120, b) MD Allegro y c) MD Dac.

### 3.3 Tratamientos superficiales

El objetivo del presente proyecto de investigación es mejorar la resistencia al desgaste de implantes de cadera incrementando la dureza superficial de los mismos. Por tal motivo, las muestras fueron sometidas a diferentes tratamientos superficiales tales como: nitruración iónica, recubrimiento por la técnica de PVD y recubrimiento con sistemas dúplex (nitruración iónica seguida por un proceso de recubrimiento por PVD).

Los tratamientos superficiales mencionados anteriormente, se llevaron a cabo en un dispositivo industrial de recubrimiento por arco denominado “CDS-1” fabricado en el Instituto ITeE- PIB, ubicado en la ciudad de Radom, Polonia. Este dispositivo está

localizado en el Departamento de Ingeniería de Superficies del mismo instituto y es capaz de realizar los procesos tanto de nitruración iónica como de depósito de recubrimientos por la técnica de depósito físico en fase vapor asistida por plasma (PAPVD por sus siglas en inglés).

### 3.3.1 Descripción del equipo

El dispositivo de recubrimiento por arco CDS-1 está constituido por los siguientes componentes:

- Cámara de vacío
- Evaporadores por arco y fuentes de poder
- Sistema de base rotacional
- Unidad central de control
- Unidad de control de presión de gas
- Sistema de control automático

#### 3.3.1.1 Cámara de vacío

La cámara de vacío está fabricada de una aleación de acero níquel-cromo y cuenta con dos bombas de vacío: una rotativa y una bomba de difusión para generar alto vacío. En el interior de la cámara de vacío se encuentran dos calentadores infrarrojos además de la base rotatoria, mientras que el exterior de la cámara se encuentran montados cinco evaporadores por arco (con fuente de poder), además de diferentes instrumentos de monitoreo, tales como un dispositivo óptico, un pirómetro y manómetros. En la figura 3.11 se muestran la cámara de vacío y sus componentes.

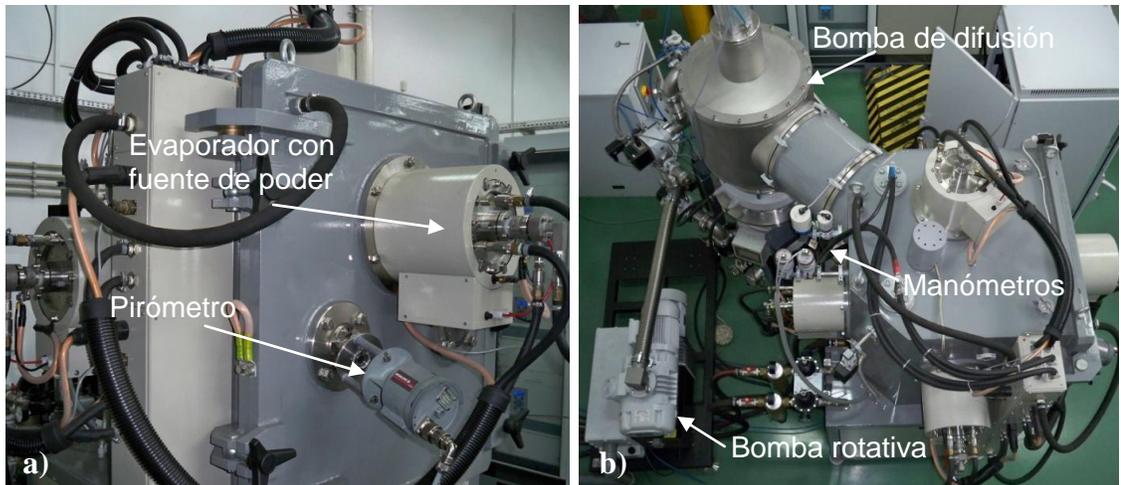


Figura 3.11 Dispositivo CDS-1: a) vista frontal y b) vista superior

### 3.3.1.2 Evaporadores por arco y fuente de poder

El sistema está equipado con cinco evaporadores por arco los cuales están distribuidos de forma optimizada entre el cuerpo de la cámara de vacío y la puerta, tal como se muestra en la figura 3.12, con el objetivo de lograr un recubrimiento uniforme.

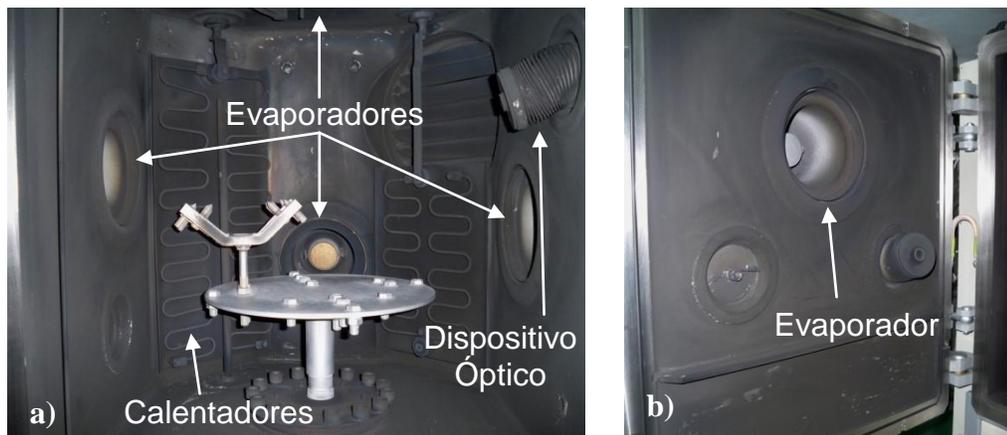


Figura 3.12 a) Evaporadores distribuidos en la cámara de vacío, b) puerta de la cámara de vacío.

Los evaporadores están equipados con un sistema de ignición por una descarga de alto voltaje y un cátodo en forma de cono truncado el cual es enfriado directamente con agua, figura 3.13.

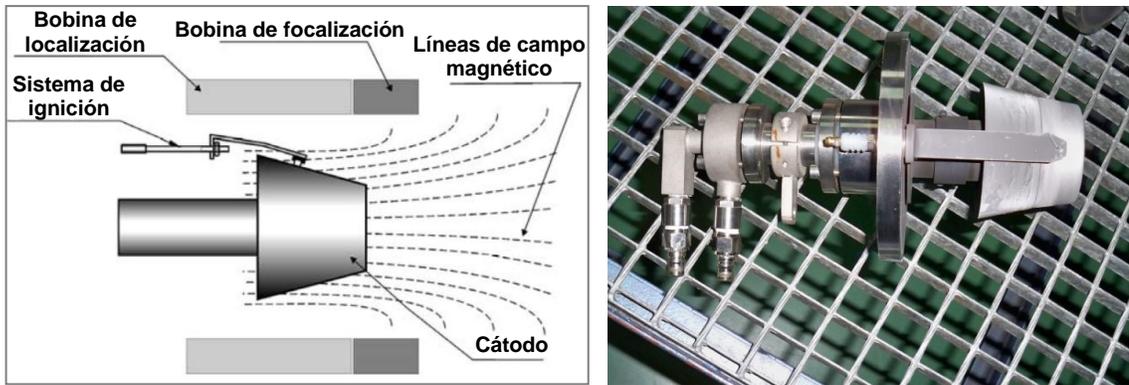


Figura 3.13 Evaporador con fuente (o blanco) de titanio.

### 3.3.1.3 Sistema de base rotacional

Para utilizar el volumen de la cámara eficientemente, los sustratos se colocan en su respectivo portamuestra sobre una base giratoria tipo carrusel dentro de la cámara de vacío para lograr un recubrimiento uniforme sobre la superficie de los sustratos. La velocidad de rotación de la base está controlada por un motor eléctrico con velocidad variable.



Figura 3.14 Base giratoria y portamuestras.

### 3.3.1.4 Unidad central de control

El sistema de control del dispositivo CDS-1 se subdivide en dos sistemas: El sistema de control de vacío y el sistema de control de proceso. La unidad central de control se muestra en la figura 3.15.



Figura 3.15 Unidad central de control

#### 3.3.1.4.1 Sistema de control de vacío

El sistema de control de vacío se compone una unidad de control de vacío y de los instrumentos de medición para alto y bajo vacío (manómetros), además del sistema de control de ventilación, el cual controla el sistema de válvulas de la cámara de vacío. La unidad de control de vacío y el sistema de control de ventilación se muestran en la figura 3.16.

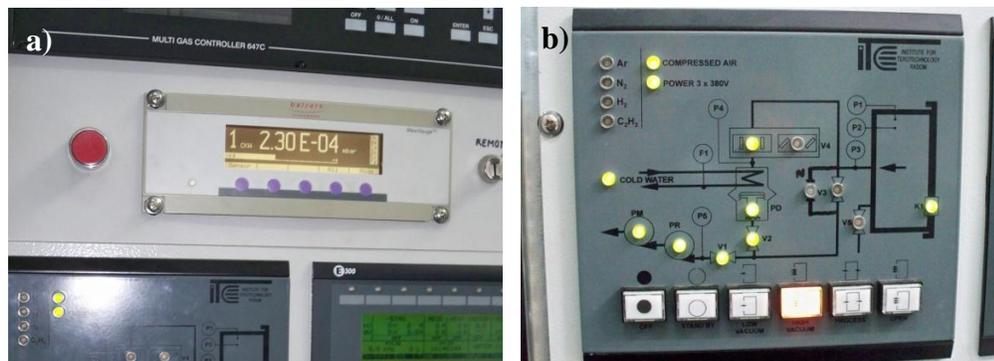


Figura 3.16 a) Unidad de control de vacío y b) sistema de control de ventilación.

### 3.3.1.4.2 Sistema de control de proceso

El sistema de control de proceso es un dispositivo central el cual opera, controla y monitorea los siguientes parámetros durante los diferentes tratamientos superficiales:

- Voltaje de polarización
- Parámetros del proceso AEGD
- Calentadores
- Velocidad del motor
- Suministro de agua de enfriamiento
- Temperatura

Los parámetros mencionados anteriormente se presentan en una pantalla con la cual se tiene una clara visión de la condición del equipo y se permite una revisión rápida de los parámetros de proceso. Este sistema cuenta con teclas de función para navegar entre los menús y controlar los procesos directamente.



Figura 3.17 Unidad de control de proceso

### 3.3.1.5 Unidad de control de presión de gases.

El dispositivo CDS-1 está equipado con una unidad de control de presión de gases. Esta unidad mantiene la presión preestablecida a un nivel constante con la ayuda de un controlador de flujo el cual regula el flujo de gas. La mezcla de gases se regula mediante la medición de la intensidad del plasma por la técnica de espectroscopía de emisión utilizando el dispositivo óptico.



Figura 3.18 Unidad de control de presión de gases.

### 3.3.1.6 Sistema de operación automatizado

El dispositivo CDS-1 está equipado con sistema computacional el cual permite la operación automatizada del equipo durante los diferentes procesos, tanto de recubrimiento por PAPVD como de nitruración iónica, desde que se cierra la cámara hasta el final del proceso. Este sistema fue de gran ayuda durante la experimentación del presente proyecto, ya que al correr el sistema en modo automático, sólo se requiere monitorear los parámetros de proceso constantemente. Los procesos tanto de nitruración iónica como de recubrimiento por la técnica de PAPVD están divididos en pasos lógicos o subprocesos, tal como una secuencia de programación lineal. La secuencia de subprocesos realizados durante los diferentes tratamientos superficiales sigue el siguiente orden:

- Bombeo o evacuación
- Calentamiento
- Proceso de limpieza por la técnica AEGD
- Proceso de recubrimiento PAPVD o nitruración iónica
- Enfriamiento

Una vez que se corre el programa, cada paso se sigue la secuencia programada. Cada subproceso concluye al alcanzar ciertos valores de proceso, (tales como: presión, temperatura, periodos de tiempo). Todavía es posible cambiar a modo manual en caso de ser requerido.

Los valores de los de los parámetros del proceso en ejecución, tales como presión, temperatura, flujo de gas, voltaje de polarización y corriente del evaporador son desplegados una gráfica en el eje “Y” contra el tiempo en el eje “X”. Con lo anterior se tiene un control completo del ciclo de proceso. En la figura 3.19 se muestra la pantalla principal del sistema de operación automatizado, en el lado izquierdo se muestran los subprocesos con los valores de entrada, mientras que en la esquina inferior derecha se muestra la grafica con los valores de los diferentes parámetros de proceso.

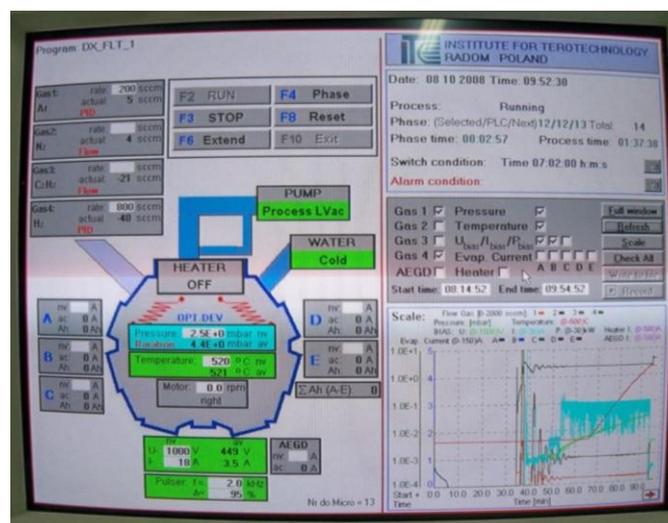


Figura 3.19 Pantalla de entrada de datos para el control computarizado.

Las gráficas del control de proceso también se pueden desplegar durante el modo manual de operación por lo que los mecanismos de control están siempre activos durante el proceso. Las gráficas se imprimen a color y son almacenadas como documentación del proceso.

Si es requerido, cualquier subrutina puede ser ejecutada manualmente durante la operación normal:

- El programa se puede detener en cualquier momento
- Cualquier paso puede ser prolongado según se requiera
- Los valores se pueden ajustar manualmente
- Cualquier subrutina o proceso se puede iniciar más temprano en el ciclo
- El programa se puede continuar en cualquier paso deseado

### 3.3.2 Selección de parámetros óptimos para el proceso de nitruración iónica en la aleación Co-Cr

En la literatura se pueden encontrar varios estudios en los cuales se experimenta con diferentes técnicas de nitruración en aleaciones de Co-Cr [10-15] similares a la utilizada en el presente proyecto. Se ha reportado que, de acuerdo a la técnica utilizada, variando parámetros tales como la temperatura y el tiempo de proceso, se obtienen resultados diferentes. Sin embargo, dichos estudios coinciden en la formación de una capa compuesta en la superficie de las muestras, mostrando una dureza superior a la de la aleación Co-Cr, además de un incremento en la rugosidad. Con el objetivo de seleccionar los parámetros óptimos para el proceso de nitruración iónica de la aleación Co-Cr en el dispositivo CDS-1, se realizaron cinco procesos de nitruración iónica utilizando cinco diferentes potenciales de nitruración ( $P=1.0, 1.5, 2.0, 2.5$  y  $3.0$ ) los cuales dependen principalmente de la mezcla de gases. Los procesos de nitruración se llevaron a cabo a una temperatura de  $520\text{ }^{\circ}\text{C}$ , con una duración de siete horas utilizando cada uno de los potenciales mencionados anteriormente. El potencial de nitruración óptimo fue seleccionado al final de la caracterización de las muestras de acuerdo a parámetros tales como el espesor de la capa compuesta, rugosidad, dureza y módulo

elástico. En esta etapa de la experimentación se utilizaron muestras cilíndricas de 30 mm de diámetro y 6 mm de espesor.

### 3.3.2.1 Descripción del proceso de nitruración iónica

Previo al proceso de nitruración iónica, se realiza la limpieza tanto de las muestras como de la cámara de vacío. La limpieza de las muestras se lleva a cabo en un dispositivo ultrasónico con temperatura controlada utilizando una solución alcalina por un periodo de tiempo de 5 minutos. Las muestras, el portamuestra y el dispositivo ultrasónico se muestran en la figura 3.20.

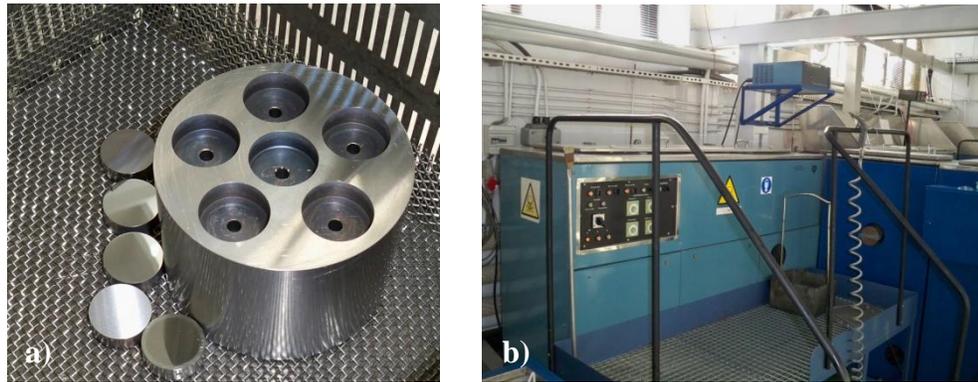


Figura 3.20 a) Portamuestras y muestras en la rejilla antes de ser sometidas a la limpieza ultrasónica y, b) dispositivo ultrasónico.

La limpieza de la cámara de vacío se realiza con una aspiradora y pequeñas toallas de algodón para remover desechos del proceso de nitruración iónica anterior. Prácticamente se remueve un polvo muy similar en apariencia al hollín. En la figura 3.21 se muestran las diferentes etapas de la limpieza de la cámara de vacío.

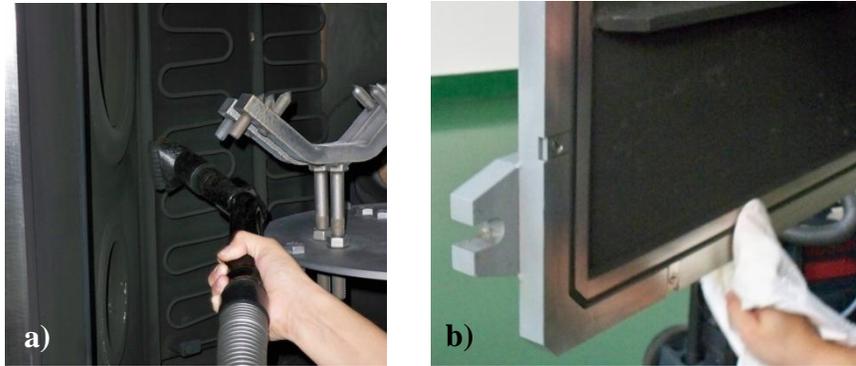


Figura 3.21 Limpieza de la cámara de vacío previa al proceso de nitruración iónica: a) con aspiradora y b) con una pequeña toalla de algodón para limpiar los empaques tanto en la puerta como en cámara.

Una vez que se concluye con la limpieza, se montan las muestras en el portamuestras, el cual funge como cátodo, dentro de la cámara de vacío, tal como se muestra en la figura 3.22.

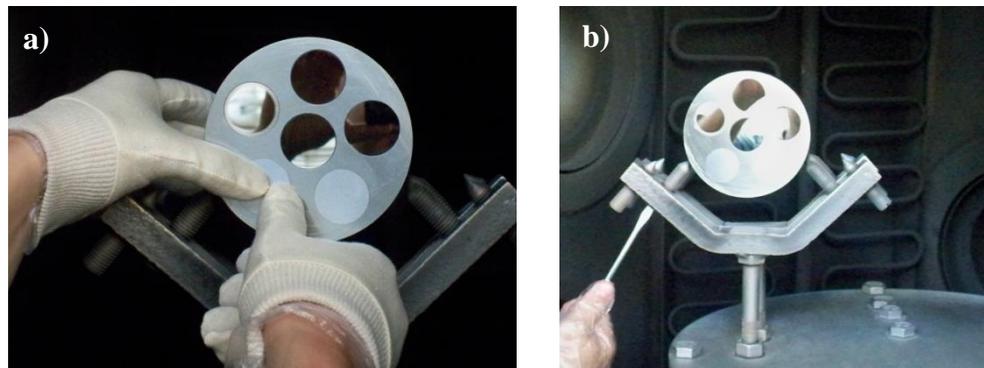


Figura 3.22 a) Montaje de las muestras en el portamuestras dentro de la cámara de vacío y b) sujeción del portamuestras.

Después de montar las muestras dentro de la cámara, se cierra la puerta y se ajustan los instrumentos (pirómetro y dispositivo óptico) dirigiéndolos hacia la muestra ubicada en el centro del portamuestra con la finalidad de monitorear tanto la temperatura como la intensidad del plasma durante el proceso de nitruración iónica, tal como se muestra en la figura 3.23. La mezcla de gases se regula midiendo la intensidad del plasma mediante

espectroscopía de emisión o espectroscopía óptica por medio del dispositivo óptico. La temperatura se regula ajustando la corriente.

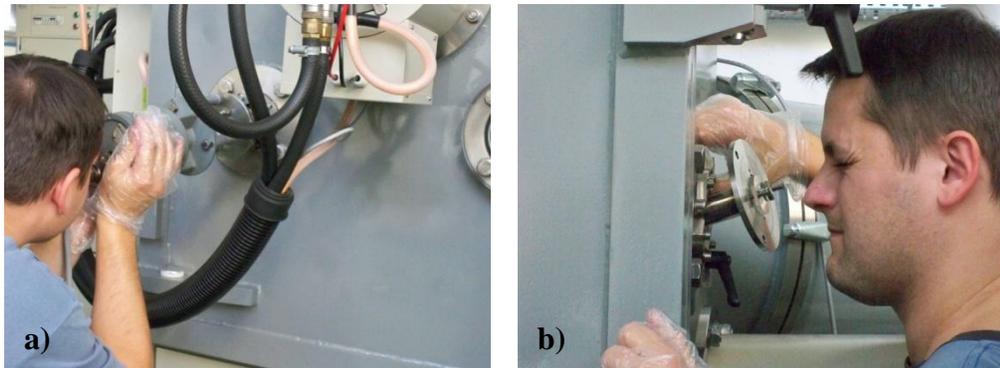


Figura 3.23 a) Ajuste del pirómetro, ubicado en la puerta y b) ajuste del soporte del dispositivo óptico, ubicado a un costado de la cámara de vacío.

Una vez que se ajustan los instrumentos, se ingresan los datos del proceso al sistema, tales como, el potencial de nitruración, la calibración del dispositivo óptico y la concentración de gases. La calibración del dispositivo óptico varía de acuerdo a la concentración de gases y el potencial de nitruración. Después de ingresar los datos de proceso, corre el programa AegdDX\_FLT\_1, el cual contiene la secuencia de pasos requeridos para realizar el proceso de nitruración iónica. En el apéndice A1 se incluye una copia del programa mencionado anteriormente, el cual se utilizó durante los diferentes procesos de nitruración iónica. El proceso de nitruración iónica se compone de las siguientes etapas:

- Bombeo
- Proceso de limpieza por AEGD
- Precalentamiento y calentamiento
- Nitruración iónica
- Enfriamiento de las muestras

### 3.3.2.1.1 Bombeo

Al cerrar la cámara de procesos, se da inicio al proceso de bombeo. Una vez que se alcanza una presión de  $2 \times 10^{-4}$  milibares dentro de la cámara de vacío se habilita el enfriamiento con agua fría. Se continua generando vacío dentro de la cámara y al alcanzar una presión de  $2 \times 10^{-5}$  milibares, se inicia la prueba de fugas, la cual consiste en elevar la presión de  $2 \times 10^{-5}$  a  $3.3 \times 10^{-5}$  milibares en un tiempo de un minuto. El tiempo de bombeo depende de la condición de limpieza de la cámara de vacío además de la humedad del aire. Durante los diferentes procesos de nitruración iónica los tiempos de bombeo tuvieron una variación de 45 minutos a 4 horas debido fugas en el sistema.

### 3.3.2.1.2 Proceso de limpieza por plasma AEGD

A pesar de que las muestras fueron sometidas a limpieza ultrasónica previo al proceso de vacío, todavía se encuentran capas de vapor de agua atrapadas en la superficie de los sustratos, por lo que es necesario un proceso de limpieza adicional por plasma, tanto en los procesos de nitruración iónica, como en los procesos de recubrimiento por PVD para poder lograr una buena adhesión de los recubrimientos. El proceso de limpieza por plasma AEGD (por las siglas de su nombre en inglés, Arc Enhanced Glow Discharge) es en principio un proceso de pulverización catódica en un ambiente de argón. Para este proceso solo se requiere de un evaporador. Una vez que se ha realizado el vacío en la cámara, se enciende el cátodo y se ingresa gas argón a una presión de  $5 \times 10^{-3}$  milibares. Debido a las colisiones inelásticas (colisiones donde la energía cinética no se conserva) de los electrones, los cuales son atraídos por el ánodo, el argón se ioniza (se carga positivamente) formando un plasma. Posteriormente, los iones de argón son atraídos hacia el sustrato (debido a la polarización negativa de este) chocando a velocidades que les permiten remover cualquier contaminación de la superficie del sustrato, tal como si se tratara de un juego de billar a escala atómica. El proceso de limpieza por plasma AEGD tiene una duración de 30 minutos donde la corriente en el cátodo y el evaporador permanecen constantes a 20 y 70 amperes respectivamente. Durante este proceso se

enciende el sistema rotatorio a una velocidad de 1.5 RPM para lograr una limpieza uniforme en las muestras.

#### 3.3.2.1.3 Pre calentamiento y calentamiento

El proceso de calentamiento realiza mediante bombardeo iónico en una atmosfera de argón e hidrogeno. El pre calentamiento se realiza empleando bajas corrientes (5,7, y 10 amperes) a una presión de 2.5 milibares. El calentamiento inicia cuando la corriente incrementa a 18 amperes y el voltaje de polarización incrementa hasta alcanzar la temperatura de 520 °C. Durante los diferentes procesos de nitruración llevados a cabo en el presente proyecto, los tiempos de pre calentamiento y calentamiento tuvieron una duración alrededor de 40 minutos.

#### 3.3.2.1.4 Nitruración iónica

Los cinco procesos de nitruración iónica se realizaron en una atmosfera con una mezcla de gases de  $N_2 - H_2$ , a una presión de 2.5 milibares y una temperatura de proceso de 520 °C por un tiempo de 7 horas. La única variante entre los cinco procesos fue el potencial de nitruración los cuales fueron: 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0. Los tratamientos se realizaron utilizando corriente directa y voltajes de polarización alrededor de los 625 volts para controlar la temperatura. Durante el proceso de nitruración iónica, la temperatura es monitoreada mediante un pirómetro, al disminuir la temperatura se incrementa el voltaje de polarización para regularla. Igualmente la mezcla de gases, es regulada mediante el monitoreo de la intensidad del plasma mediante espectroscopia de emisión o espectroscopia óptica utilizando el dispositivo óptico. En la figura 3.24 se pueden apreciar las muestras dentro la cámara durante el proceso de nitruración iónica.



Figura 3.24 Proceso de nitruración iónica.

#### 3.3.2.1.5 Enfriamiento

Para evitar oxidación de los sustratos, estos deben de ser retirados de la cámara hasta que se han enfriado a una temperatura por debajo de 200 °C. Para reducir el tiempo de enfriamiento, la cámara puede ser pre-ventilada con N<sub>2</sub> manteniendo la cámara cerrada. Después, la cámara puede ser ventilada (abriendo las válvulas) para posteriormente retirar los sustratos.

Una vez que se realizaron los cinco proceso de nitruración iónica, las muestras fueron cortadas y caracterizadas para, en base a los criterios mencionados anteriormente, seleccionar el potencial óptimo de nitruración.

#### 3.3.3 Recubrimientos PVD dúplex y no-dúplex

Una vez seleccionado el potencial óptimo para la nitruración iónica, se realizaron tres diferentes tratamientos superficiales con el objetivo de obtener cinco diferentes condiciones superficiales. Los tratamientos superficiales realizados se listan a continuación:

- I. Nitruración iónica
- II. Recubrimiento con CrN por la técnica de PAPVD
- III. Recubrimiento con multicapas de TiN/CrN por la técnica de PAPVD.

Con el objetivo de organizar las muestras de una forma clara y sencilla además de facilitar su identificación al momento de realizar los tratamientos superficiales, se crearon cinco grupos de muestras de acuerdo la condición superficial y a los tratamientos superficiales requeridos para obtener dicha condición. En la tabla 3.2 se muestra en la primera columna el grupo de muestras (A,B,C,D,o E) seguido por la condición superficial de las muestras del grupo y los tratamientos superficiales requeridos para obtener dicha condición.

Tabla 3.2 Grupos de muestras organizados de acuerdo a la condición superficial.

Grupo	Condición Superficial	Proceso		
		I. Nitruración Iónica	II. CrN por PAPVD	II. Multicapas TiN/CrN por PAPVD
A	Nitración iónica	✓		
B	CrN dúplex	✓	✓	
C	TiN/CrN dúplex	✓		✓
D	CrN no-dúplex		✓	
E	TiN/CrN no-dúplex			✓

La tabla anterior se puede interpretar de la siguiente manera: las muestras del grupo “A” solamente pasaron por el proceso de nitruración iónica. Sin embargo, las muestras del grupo “B” pasaron por el proceso de nitruración iónica junto con las muestras del grupo “A” y posteriormente fueron sometidas al proceso de recubrimiento con CrN por la técnica de PAPVD junto con las muestras del grupo “D”. Del proceso recubrimiento con CrN se obtuvieron muestras con dos condiciones superficiales diferentes: las muestras del grupo “B”, con recubrimiento de CrN dúplex (debido a que provenían del proceso de nitruración iónica), y las muestras del grupo “D”, con una capa de CrN solamente, CrN no-dúplex. Igualmente las muestras del grupo “C” fueron sometidas al proceso de nitruración iónica junto las muestras de los grupos “A” y “B”, y posteriormente fueron sometidas al proceso de recubrimiento por PAPVD con el sistema de multicapas de

TiN/CrN junto con las muestras del grupo “E” para obtener los recubrimientos multicapas TiN/CrN dúplex y TiN/CrN no-dúplex respectivamente.

Cada grupo de muestras quedó conformado por dos muestras prototipo (muestra MP), una muestra testigo para la caracterización (muestra MT CoCr), una muestra para las pruebas tribológicas por micro-abrasión en la máquina T-20 (muestra T-20 CoCr) y una muestra para las pruebas tribológicas en la máquina de desgaste pin-on-disc (muestra POD CoCr). Lo anterior se muestra en la tabla 3.3 de forma detallada junto con los procesos requeridos, los métodos de prueba y su denominación.

Tabla 3.3 Muestras utilizadas durante la experimentación.

<b>Grupo</b>	<b>Proceso</b>	<b>Métodos de prueba</b>			
		<b>Muestras Prototipo</b>	<b>Caracterización</b>	<b>T-20</b>	<b>POD</b>
<b>A</b>	<b>I</b>	MP 01	MT CoCr 1	T-20 CoCr 1	POD CoCr 1
		MP 03			
<b>B</b>	<b>I, II</b>	MP 04	MT CoCr 2	T-20 CoCr 2	POD CoCr 2
		MP 05			
<b>C</b>	<b>I, III</b>	MP 07	MT CoCr 3	T-20 CoCr 3	POD CoCr 3
		MP 08			
<b>D</b>	<b>II</b>	MP 09	MT CoCr 4	T-20 CoCr 4	POD CoCr 4
		MP 10			
<b>E</b>	<b>III</b>	MP 14	MT CoCr 5	T-20 CoCr 5	POD CoCr 5
		MP 15			
<b>Muestras totales</b>		<b>10</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>5</b>

### 3.3.3.1 Nitruración iónica

Las muestras de los grupos A, B y C fueron sometidas a un proceso de nitruración iónica en la cámara de procesos CSD-1. Las muestras involucradas se muestran en la tabla 3.4.

Tabla 3.4 Muestras de los grupos A, B y C sometidas al proceso de nitruración iónica.

Grupo	Muestras Prototipo	Caracterización	T-20	POD
A	MP 01	MT CoCr 1	T-20 CoCr 1	POD CoCr 1
	MP 03			
B	MP 04	MT CoCr 2	T-20 CoCr 2	POD CoCr 2
	MP 05			
C	MP 07	MT CoCr 3	T-20 CoCr 3	POD CoCr 3
	MP 08			
<b>Muestras totales</b>	<b>6</b>	<b>3</b>	<b>3</b>	<b>3</b>

Para montar las muestras dentro de la cámara de procesos fue necesario diseñar y fabricar portamuestras con las dimensiones requeridas para sujetar cada tipo de muestra (figura 3.25). Los portamuestras se pulieron para darles el mismo acabado superficial que las muestras y evitar problemas de medición con el dispositivo óptico.



Figura 3.25 Portamuestras utilizados durante los tratamientos superficiales.

El proceso de nitruración iónica se realizó en una atmosfera con una mezcla de gases de 10% N<sub>2</sub>-90% H<sub>2</sub> a una presión de 2.5 milibares y una temperatura de 520 °C por un tiempo de 7 horas utilizando un potencial de nitruración de 2.5. Este proceso se realizó utilizando el programa AegdDX\_FLT\_1, siguiendo los pasos descritos en la sección 3.3.2.1. En la figura 3.26 se pueden apreciar las muestras durante el proceso de nitruración iónica.

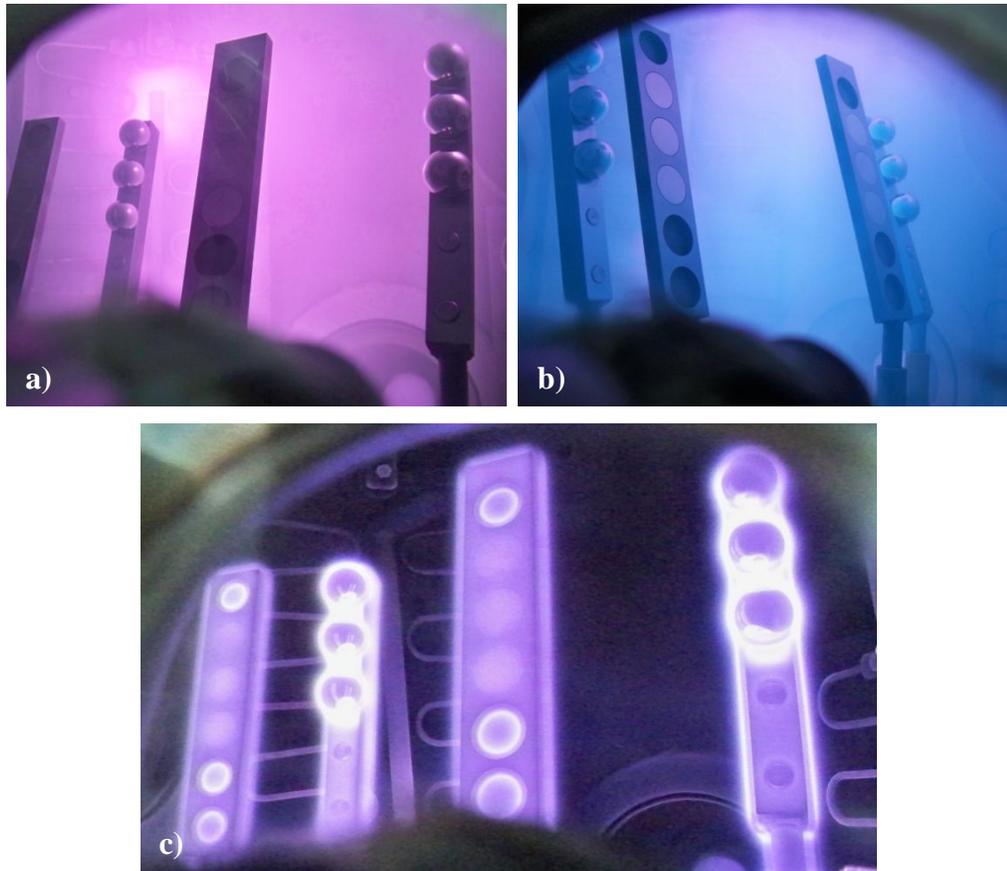


Figura 3.26 Proceso de nitruración iónica: a) Limpieza por bombardeo iónico mediante la técnica AEGD, b) calentamiento por bombardeo iónico y c) nitruración iónica.

Al salir de la cámara de procesos, las muestras presentaron un acabado opaco y rugoso por lo que fueron sometidas a un ligero proceso de pulido para abrillantarlas sin eliminar el efecto del proceso de nitruración iónica. En la figura 3.27 se muestran los sustratos después del proceso de nitruración iónica.

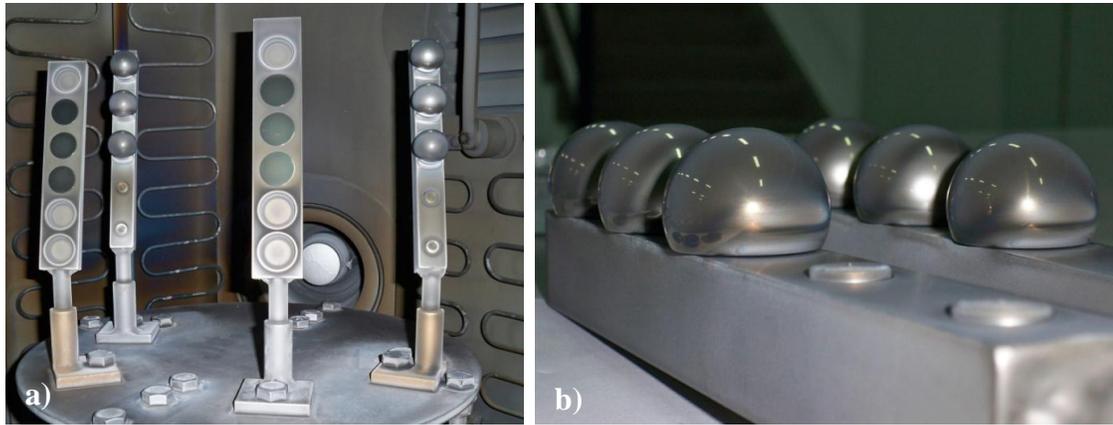


Figura 3.27 Muestras después del proceso de nitruración iónica.

### 3.3.3.2 Proceso de recubrimientos por la técnica PVD

#### 3.3.3.2.1 Recubrimiento CrN

Las muestras de los grupos B y D pasaron por un proceso de recubrimiento de nitruro de cromo CrN por la técnica PAPVD. Las muestras del grupo B ya habían sido sometidas al proceso de nitruración iónica previamente, tal como se describió en la sección anterior, sin embargo se incluyeron en este proceso para crear el recubrimiento CrN dúplex. Las muestras involucradas en este proceso se muestran en la tabla 3.5.

Tabla 3.5 Muestras de los B y D sometidas al proceso de nitruración iónica.

Muestras	Grupo	Muestras Prototipo	T-20	POD	Caracterización
<b>Nitruradas</b>	<b>B</b>	MP 04	T-20 CoCr 2	POD CoCr 2	MT CoCr 2
		MP 05			
<b>Simples (sin nitruración)</b>	<b>D</b>	MP 09	T-20 CoCr 4	POD CoCr 4	MT CoCr 4
		MP 10			
<b>Muestras totales</b>		<b>4</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>

Para realizar el proceso de recubrimiento con CrN por la técnica de PAPVD, se montaron blancos de cromo en los cinco evaporadores de la cámara de procesos y se utilizó el programa “CrN CoCr”, el cual se incluye en el apéndice A2. El proceso inicia con el bombeo hasta alcanzar una presión de  $2 \times 10^{-4}$  milibares utilizando agua caliente.

Cuando se alcanza una presión de  $2 \times 10^{-5}$  milibares, se cambia a agua fría y se realiza la prueba de fugas. Posteriormente se ajustan los instrumentos de medición. Para iniciar el calentamiento de los sustratos, se encienden los calentadores infrarrojos empleando una corriente de 400 amperes por una hora y se enciende el motor a una velocidad de 1.5 RPM, tal como se muestra en la figura 3.28a.

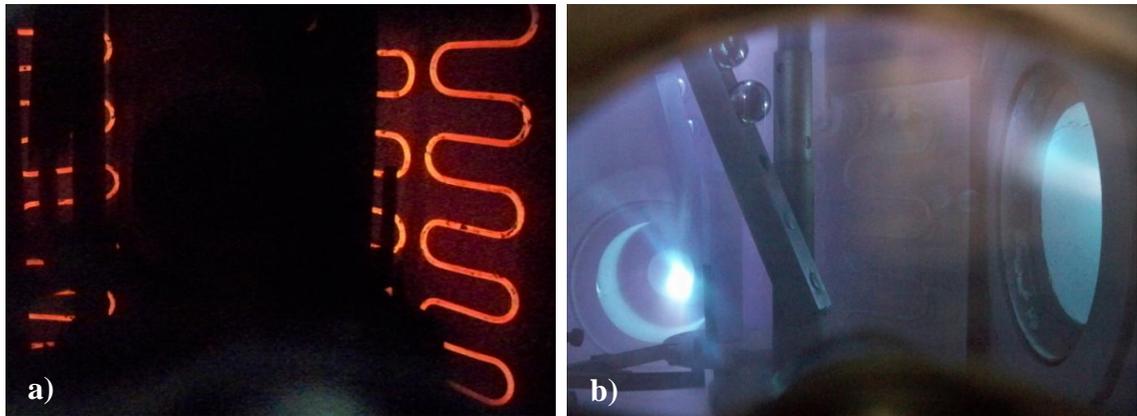


Figura3.28 Calentamiento de los sustratos por medio de: a) calentadores infrarrojos y b) bombardeo iónico.

Después de una hora se apagan los calentadores infrarrojos y se continúa con el calentamiento por bombardeo con iones de cromo utilizando solo cuatro de los cinco de los evaporadores hasta alcanzar una temperatura de  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ , tal como se muestra en el figura 3.28b. La velocidad de rotación de los sustratos cambia de 1.5 a 2.0 RPM. Cuando se alcanza la temperatura de  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  se inicia un proceso de bombeo para alcanzar la presión requerida por el proceso de depósito físico en fase vapor el cual se realiza en alto vacío. El bombeo se realiza hasta alcanzar una presión de  $3.5 \times 10^{-2}$  milibares. Durante esta operación los evaporadores permanecen apagados. Una vez alcanzada la presión requerida se inicia con el proceso de depósito físico en fase vapor. Al iniciar el proceso, se encienden los cinco evaporadores con una corriente de 70 amperes y se inyecta nitrógeno reactivo  $\text{N}_2$  para provocar la reacción con los iones de cromo. Se utiliza un voltaje de polarización de  $-200\text{V}$ . Este proceso tiene una duración de 2 horas. En figura 3.29 se muestran los sustratos dentro de la cámara durante el

proceso de depósito físico en fase vapor PVD y se aprecia cómo reaccionan los iones de cromo con el nitrógeno.



Figura 3.29 Proceso de depósito físico en fase vapor PVD.

### 3.3.3.2.2 Recubrimiento multicapas TiN/CrN

Las muestras de los grupos C y E pasaron por un proceso de recubrimiento con un sistema multicapas de TiN/CrN por la técnica de PAPVD. Las muestras del grupo C ya habían sido sometidas al proceso de nitruración iónica, tal como se describió en la sección 3.3.3.1, sin embargo se incluyeron en este proceso para crear el recubrimiento TiN/CrN dúplex. Las muestras involucradas en este proceso se muestran en la tabla 3.6.

Tabla 3.6 Muestras de los grupos C y E sometidas al proceso de nitruración iónica.

Muestras	Grupo	Muestras Prototipo	T-20	POD	Caracterización
Nitruradas	C	MP 07	T-20 CoCr 3	POD CoCr 3	MT CoCr 3
		MP 08			
Simples (sin nitruración)	E	MP 14	T-20 CoCr 5	POD CoCr 5	MT CoCr 5
		MP 15			
<b>Muestras totales</b>		<b>4</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>

El recubrimiento multicapas de TiN/CrN consiste en tres capas de nitruro de titanio TiN intercaladas con tres capas de CrN. Para depositar este recubrimiento por la técnica de PAPVD, se montaron tres blancos de cromo y dos de titanio en los evaporadores de la cámara de procesos y se utilizó el programa “TiN-CrNx3 bez AEGD”, el cual se incluye en el apéndice A3. En la figura 3.30 se muestra el evaporador junto con la fuente de poder donde se montó uno de los blancos de titanio.



Figura 3.30 Evaporador con el blanco de titanio.

Los parámetros de los procesos de bombeo y calentamiento de los sustratos son básicamente los mismos que los utilizados en el proceso de depósito del recubrimiento CrN descrito en la sección 3.3.3.2.1, con la diferencia que el calentamiento por bombardeo iónico se efectuó con iones de cromo y titanio simultáneamente, tal como se muestra en la figura 3.31.

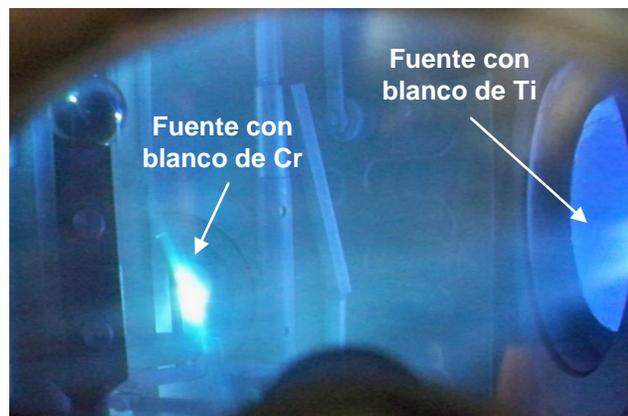


Figura 3.31 Calentamiento por bombardeo con iones de cromo y titanio simultáneamente.

En el proceso de depósito físico en fase vapor de recubrimientos multicapa los blancos de cromo y de titanio son evaporados alternadamente por periodos de 30 minutos a una temperatura de 400 °C. El espesor de las capas se controló por medio de la presión y el tiempo de depósito. Para depositar el recubrimiento multicapa se inició depositando una capa de CrN por medio del bombardeo con iones de cromo (utilizando únicamente los evaporadores con blancos de cromo) en una atmosfera de nitrógeno reactivo N<sub>2</sub> a 3.5 x 10<sup>-2</sup> milibares por 30 minutos, figura 3.32a. Después se continuó con el depósito de una capa de TiN mediante el bombardeo con iones de titanio (utilizando sólo las fuentes con blancos de titanio) a una presión de 1.2 x 10<sup>-2</sup> milibares por 30 minutos, figura 3.32b. El depósito de estas dos capas se repitió dos veces más durante el proceso para obtener las tres capas de CrN intercaladas con tres capas TiN. Debido a que se inició depositando la capa de CrN, la última capa depositada fue la de TiN, quedando esta última en la superficie de las muestras.

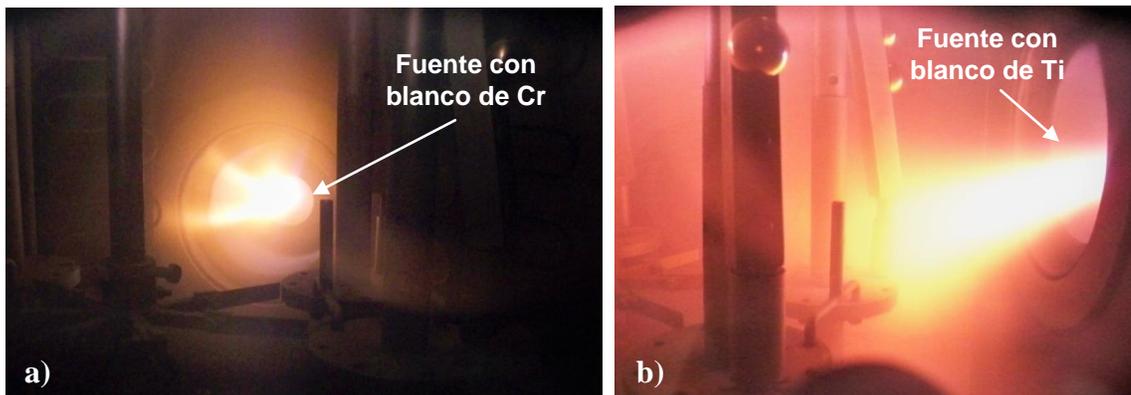


Figura 3.32 Proceso de depósito del recubrimiento multicapas TiN/CrN: a) depósito de CrN y b) depósito de TiN.

Después del proceso de recubrimiento por PVD, los sustratos permanecieron dentro de la cámara para permitir el enfriamiento de los mismos antes de ser retirados. En la figura 3.33 se muestran los sustratos después del proceso de recubrimiento con el sistema multicapas de TiN/CrN.



Figura 3.33 Muestras prototipo después del proceso de recubrimiento con el sistema multicapas de TiN/CrN.

El tono dorado adquirido tanto en las muestras como en los portamuestras se debe al color característico de la capa de TiN, la cual quedó en la superficie del sistema multicapas.

De los procesos mencionados anteriormente, se obtuvieron cinco diferentes condiciones superficiales:

- Muestras de Co-Cr nitruradas iónicamente,
- Muestras de Co-Cr con recubrimiento CrN dúplex (superficies sometidas a un proceso de nitruración iónica y posteriormente recubiertas por una capa de CrN aplicado mediante la técnica de PVD),
- Muestras de Co-Cr con recubrimiento multicapa TiN/CrN dúplex (superficies sometidas a un proceso de nitruración iónica y posteriormente recubiertas por un sistema multicapa de TiN/CrN aplicado mediante la técnica de PVD),
- Muestras de Co-Cr con recubrimiento de CrN aplicado por la técnica PVD (CrN no-dúplex)
- Muestras de Co-Cr con recubrimiento multicapa TiN/CrN aplicado por la técnica PVD (multicapas no-dúplex)

En la figura 3.34 se aprecian las muestras testigo (cabezas femorales) con cada una de las condiciones superficiales mencionadas anteriormente.

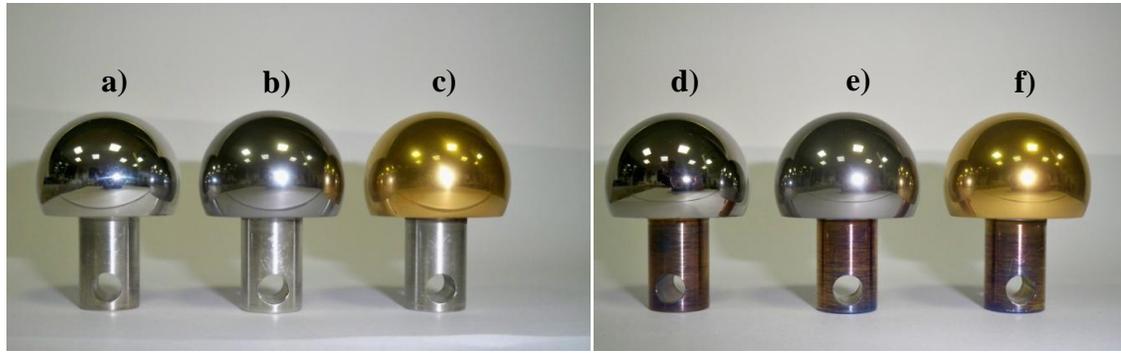


Figura 3.34 Muestras testigo (cabezas femorales) con diferentes condiciones superficiales: a) CoCrMo sin tratar, b) CrN no-dúplex, c) multicapas (TiN/CrN) no-dúplex, d) nitrurada iónicamente, e) CrN dúplex y, f) multicapas (TiN/CrN) dúplex.

En la tabla 3.7 se presentan el resumen de las muestras destinadas para cada uno de los diferentes análisis y pruebas en las siguientes etapas de la experimentación.

Tabla 3.7 Resumen de muestras obtenidas después de los tratamientos superficiales.

Tipo de muestra	Nitruradas	CrN no-dúplex	CrN duplex	(TiN/CrN) no-dúplex	(TiN/CrN) dúplex	Muestras totales
<b>Muestras Prototipo</b>	MP 01	MP 09	MP 04	MP 14	MP 07	<b>10</b>
	MP 03	MP 10	MP 05	MP 15	MP 08	
<b>T-20</b>	T-20 CoCr 1	T-20 CoCr 4	T-20 CoCr 2	T-20 CoCr 5	T-20 CoCr 3	<b>5</b>
<b>POD</b>	POD CoCr 1	POD CoCr 4	POD CoCr 2	POD CoCr 5	POD CoCr 3	<b>5</b>
<b>Muestras testigo</b>	MT CoCr 1	MT CoCr 4	MT CoCr 2	MT CoCr 5	MT CoCr 3	<b>5</b>

### 3.3.4 Recubrimiento con carbono tipo-diamante

En la experimentación del presente proyecto se incluyó un grupo más de muestras las cuales fueron recubiertas con una capa de carbono tipo diamante (comúnmente conocido como DLC por sus siglas del inglés diamond-like carbon). El recubrimiento BALINIT®

DLC desarrollado por la empresa Oerlikon Balzers es también conocido carbono amorfo hidrogenado (a-C: H). Se optó por incluir este recubrimiento debido a su excelente biocompatibilidad y su bajo coeficiente de fricción, haciendolo un candidato promisorio para aplicaciones biotribologicas [30].

Las muestras recubiertas con DLC se muestran en la tabla 3.8 y en la figura 3.35.

Tabla 3.8. Muestras recubiertas con DLC

	<b>Muestras Prototipo</b>	<b>T-20</b>	<b>Muestras testigo</b>
DLC	MP 19	T-20 CoCr 6	MT CoCr 6
	MP 20		

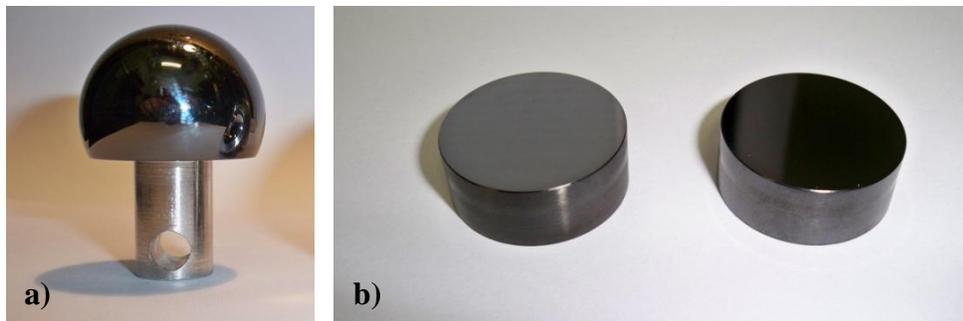


Figura 3.35 Muestras recubiertas con DLC: a) Muestra prototipo y, b) muestras T-20 y muestras testigo.

### 3.4 Caracterización

La caracterización de las diferentes condiciones superficiales obtenidas se realizó a través de diferentes métodos analíticos para determinar tanto las propiedades mecánicas como la estructura, morfología, composición química y adhesión de los recubrimientos. Todos los análisis realizados durante la caracterización se realizaron en el Instituto ITeE-PIB, ubicado en la ciudad de Radom, Polonia.

#### 3.4.1 Análisis de superficies

La rugosidad de las muestras durante se determinó mediante dos diferentes técnicas de caracterización superficial: microscopía de fuerza atómica (MFA) y perfilometría. El parámetro medido fue la rugosidad promedio  $R_a$ .

##### 3.4.1.1 Microscopía de fuerza atómica

Por medio de esta técnica se determinó el parámetro de rugosidad  $R_a$  y se obtuvo una imagen de la topografía de las muestras en tres dimensiones, utilizando un microscopio de fuerza atómica Quesant Instruments Corporation modelo Q-Scope 250. Los análisis se realizaron en un área de  $50 \mu\text{m}^2$  en cada muestra en modo de contacto. A cada muestra se le realizaron tres mediciones, en diferentes zonas de la superficie de la muestra, y se obtuvo un promedio. En la figura 3.36 se pueden apreciar el análisis a varias muestras mediante esta técnica.



Figura 3.36 Análisis de microscopía de fuerza atómica a: a) muestra testigo, b) cabeza femoral y c) cabeza femoral recubierta por la técnica PVD.

### 3.4.1.2 Perfilometría

El parámetro de rugosidad Ra de las diferentes muestras se determinó mediante esta técnica utilizando un rugosímetro Hommelwerek LV-50E. El equipo se ajustó para realizar recorridos longitudinales de 2 mm a una velocidad de 0.2 mm/s en la superficie de las muestras. El cut-off empleado fue de 0.250 mm. Cada muestra se sometió a tres mediciones con el fin de obtener una rugosidad promedio.

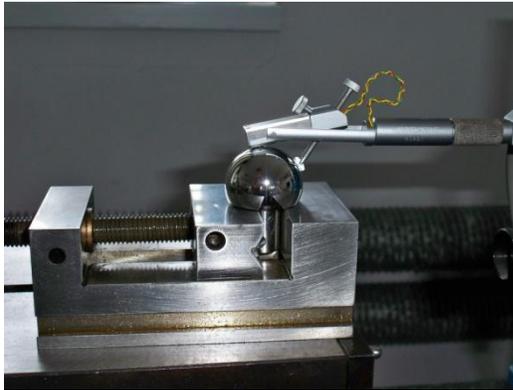


Figura 3.37 Medición de rugosidad utilizando un rugosímetro Hommelwerek LV-50E.

### 3.4.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

La morfología superficial de las muestras así como la estructura de la sección transversal se analizó mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB). Durante el presente proyecto se utilizaron dos microscopios electrónicos de barrido: un microscopio HITACHI-S2460N equipado con un detector NORAN modelo Voyager 3050 para realizar espectroscopia de energía dispersiva (EDS por sus siglas en inglés), el cual se encuentra ubicado en el Instituto ITeE-PIB ubicado en Radom, Polonia y un microscopio modelo JEOL-6510LV ubicado en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la UANL. Mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido se determinó el espesor de las capas de los recubrimientos analizando la sección transversal de las muestras, además de obtener el perfil de composición elemental tanto cualitativa como semicuantitativamente por medio de la técnica de espectroscopia de energía dispersiva EDS.

### 3.4.3 Espectrometría de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES)

El perfil de composición elemental cualitativo y semicuantitativo en superficie y en profundidad de las muestras tratadas superficialmente se obtuvo mediante la técnica de espectrometría de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES, por sus siglas en inglés) con un equipo Jovin Ybon 10000 RF GDOES (Glow Discharge Optical Emission Spectrometer). En la figura 3.38 se muestra una imagen del equipo.

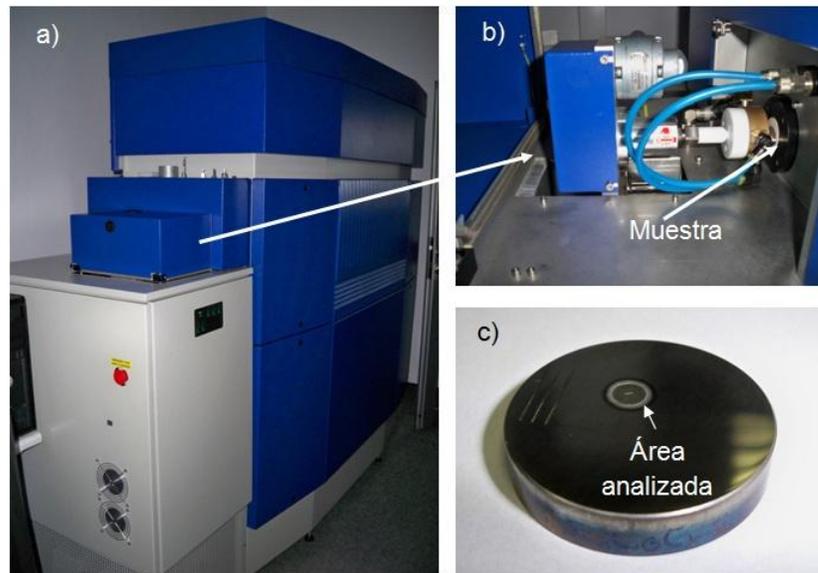


Figura 3.38 a) Espectrómetro JY 10000 RF, b) fuente de descarga luminiscente y c) muestra después del análisis.

Durante el análisis por esta técnica, la muestra es erosionada, tal como se muestra en la figura 3.38c, por el bombardeo de iones de argón de baja energía ( $< 50$  eV) procedentes de una descarga en forma de plasma. Los átomos erosionados son excitados en el plasma, perdiendo energía tras la emisión de fotones con longitudes de onda características lo que permite la distinción de los distintos elementos presentes en la muestra [72]. Las altas velocidades de erosión ( $>1$   $\mu\text{m}/\text{min}$ ) permiten medidas muy rápidas (del orden de minutos). El equipo Jovin Ibon tiene 1 metro de focal y fuente de excitación de radiofrecuencia que permite el análisis de muestras no conductoras. Para la realización de las curvas de calibración se empleó el programa Quatum IQTM.

### 3.4.4 Nanoindentación

La dureza y el modulo elástico de las muestras tratadas superficialmente se analizaron por medio de la técnica de nanoindentación. Se utilizó un equipo CSEM nanohardness tester (NHT por sus siglas en ingles), el cual de muestra en la figura 3.39. Las mediciones se llevaron a cabo con un indentador Berkovich (punta piramidal tetragonal de diamante) utilizando una profundidad máxima de 250 nm y una velocidad de carga y descarga = 60 mN/min. Para eliminar la influencia del material del sustrato en los resultados, el rango de profundidad de penetración del indentador se limitó al 10% del espesor de los recubrimientos. La dureza y el modulo elástico se determinaron por medio del método de Oliver y Pharr [73].



Figura 3.39 a) Equipo de nano-indentación CSEM

### 3.4.5 Difracción de rayos X

La estructura cristalina de las diferentes condiciones superficiales, se determinaron mediante la técnica de difracción de rayos X (DRX). Para este análisis, se utilizó un equipo de difracción de rayos X Philips X'Pert ubicado en la Universidad Tecnológica de Saltillo. Los análisis se realizaron a 40 kV y 40 mA con rayos  $\text{CuK}\alpha$  X; el rango utilizado fue entre  $30^\circ$  y  $80^\circ$ .

### 3.4.6 Prueba de adhesión

La prueba de adhesión, de rayado, o scratch test, es una técnica utilizada para determinar la adhesión de un recubrimiento al sustrato en un material recubierto. El objetivo de este ensayo es determinar las cargas críticas a las cuales aparecen los diferentes tipos de falla en el material. Para lograr lo anterior, se aplica una carga creciente o progresiva desplazando un indentador sobre la cara recubierta de la muestra. En la figura 3.40 se muestra una ilustración esquemática de la vista transversal de una prueba de rayado.

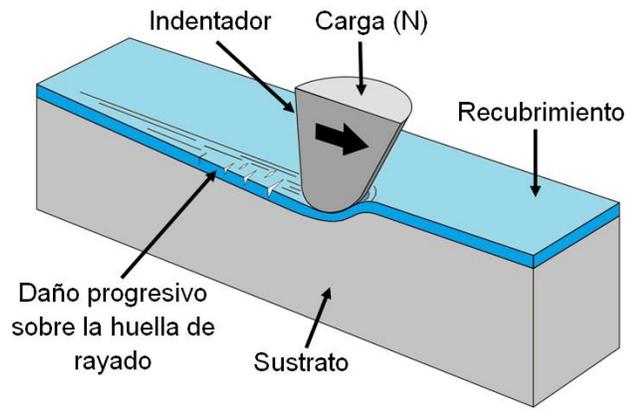


Figura 3.40 Ilustración de la prueba de rayado.

En la prueba de rayado se distinguen dos tipos de falla: cohesiva y adhesiva. Las fallas cohesivas se deben únicamente a las propiedades del recubrimiento, mientras que las fallas adhesivas están relacionadas con las propiedades del sistema recubrimiento-sustrato. Los diferentes tipos de fallas aparecen cuando la carga aplicada incrementa progresivamente a lo largo del ensayo. Las cargas a las cuales aparecen los diferentes tipos de falla se denominan cargas críticas ( $L_c$ ). Para el presente estudio, la adhesión de los recubrimientos se cuantificó en términos de cargas críticas correspondientes a los diferentes tipos de falla [74], los cuales se describen en la tabla 3.9.

Tabla 3.9 Cargas críticas correspondientes los diferentes tipos de falla durante la prueba de adhesión [74].

<b>Carga crítica</b>	<b>Descripción</b>	<b>Tipo de falla</b>
$L_{C0}$	Aparición de la primera grieta	Cohesiva
$L_{C1}$	Inicio del desprendimiento del material	Cohesiva
$L_{C2}$	Primera ruptura o pérdida de adhesión	Adhesiva
$L_{C3}$	Desprendimiento total del material o desgaste	Adhesiva

Las pruebas de adhesión se realizaron utilizando un dispositivo Revertest Scratch Tester (CSEM), el cual se muestra en la figura 3.41. Se utilizó indentador tipo Rockwell con punta esférica de diamante con un radio de 200  $\mu\text{m}$ . La longitud de la huella fue de 10 mm mientras que la carga aplicada fue incrementando progresivamente de 0 a 100 N a una velocidad de 10N/mm. Después de las pruebas de rayado, se determinaron las cargas críticas a las que ocurrieron las fallas observando las huellas del rayado mediante microscopia óptica utilizando un microscopio óptico Nikon MM40. La fuerza de fricción y las señales de emisión acústica fueron registradas durante la prueba para ser comparadas posteriormente con los resultados de las observaciones realizadas mediante microscopia óptica. En el presente estudio, se realizaron tres pruebas de rayado a cada muestra y se obtuvo un valor promedio de las cargas críticas.

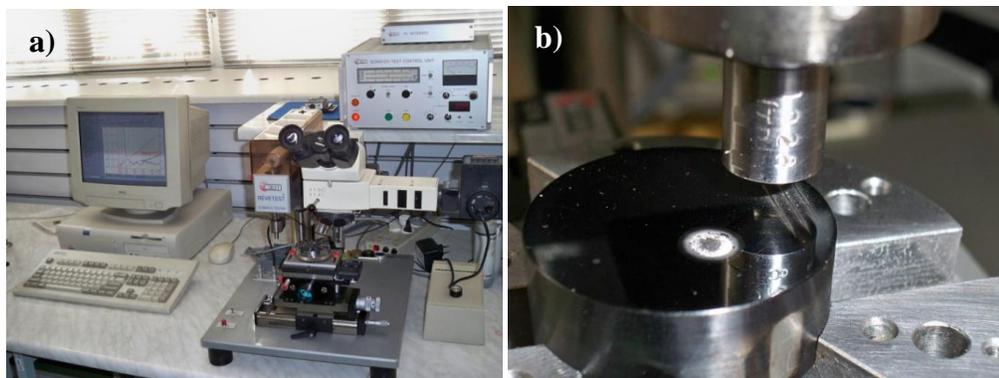


Figura 3.41 a) Equipo Revertest Scratch Tester (CSEM), b) muestra durante el análisis.

### 3.4.7 Medición de esfericidad y huelgo

Las características geométricas tales como la esfericidad y errores de forma de la muestras prototipo (cabezas femorales y copas acetabulares) se midieron en una máquina de coordenadas Mitutoyo QM-Measure 353 (figura 3.42) ubicada en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la UANL. La técnica de medición consistió básicamente en el contacto entre el cabezal móvil (palpador) con 12 puntos localizados en diferentes zonas alrededor de la muestra. La información fue procesada con la ayuda del software GEOPAK MMC generando un modelo y proporcionando los diámetros y esfericidades de las cabezas y de las copas utilizadas en el presente trabajo. Para sujetar las muestras prototipo a la máquina de coordenadas fue necesario diseñar y fabricar un aditamento, el cual se muestra en la figura 3.42b.

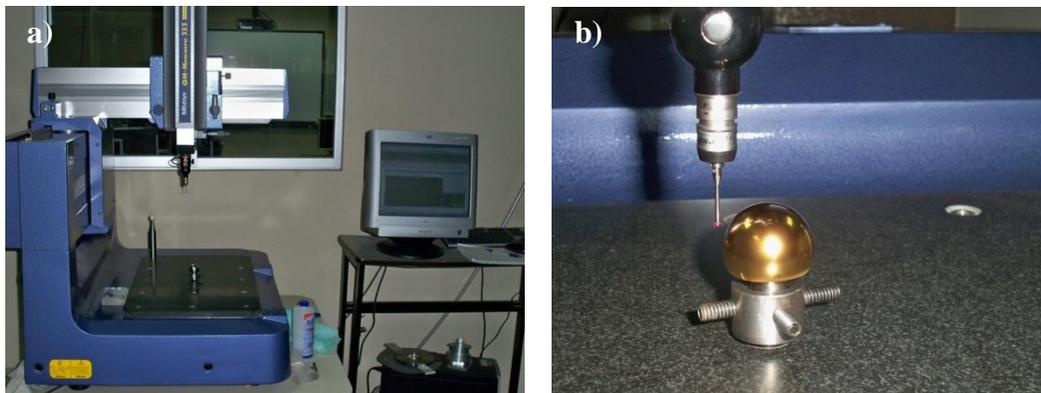


Figura 3.42 a) Máquina de coordenadas Mitutoyo QM-Measure 353 y b) medición de huelgo y error de forma de muestras prototipo.

## 3.5 Pruebas Tribológicas

### 3.5.1 Pruebas de desgaste y corrosión

En la literatura se pueden encontrar diferentes estudios de tribocorrosion en aleaciones CoCrMo, donde la resistencia al desgaste y a la corrosión son evaluados simultáneamente en ambientes similares al del cuerpo humano [44, 75]. Sin embargo, en

el presente proyecto, la resistencia al desgaste bajo condiciones lubricadas y la resistencia a la corrosión fueron evaluadas por separado utilizando solución de Ringer como lubricante y electrolito. En este estudio no se incluyeron las muestras recubiertas con DLC.

### 3.5.1.1 Pruebas de desgaste bajo condiciones lubricadas

Con el objetivo de categorizar las diferentes condiciones superficiales de acuerdo a su resistencia al desgaste bajo condiciones lubricadas, se realizaron pruebas tribológicas en una máquina de desgaste con configuración pin-on-disc [76] utilizando las muestras POD. En la figura 3.43 se muestra una representación esquemática de la máquina utilizada para las pruebas tribológicas.

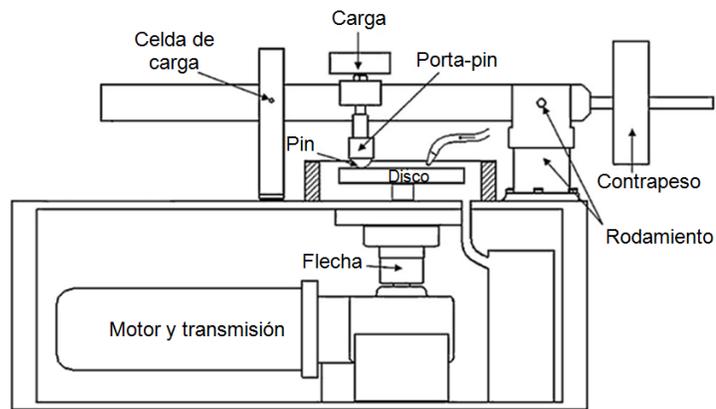


Figura 3.43 Representación esquemática de la máquina de pruebas tribológicas pin-on-disc [76] utilizada para las pruebas tribológicas.

Las muestras POD estaban destinadas a ser utilizadas en la máquina de desgaste con movimiento recíprocante T-17 ubicada en el ITeE-PIB en Polonia, pero debido a que el tiempo de prueba en dicho dispositivo era muy largo, las pruebas no se realizaron y las muestras nunca se utilizaron. Las muestras POD eran pequeñas placas rectangulares de 36 mm de largo por 17 mm de ancho con 6 mm de espesor, tal como se muestra en la figura 3.44.

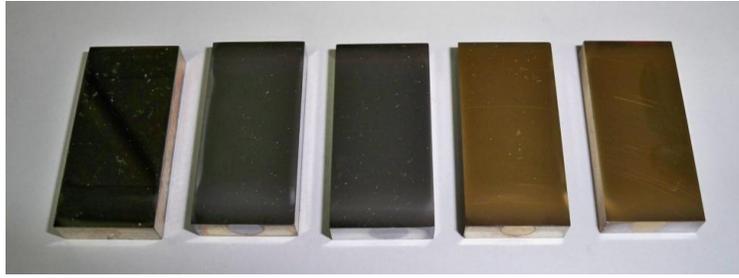


Figura 3.44 Muestras para pruebas tribológicas en la máquina de desgaste con movimiento recíprocante T-17.

Para las pruebas tribológicas en la máquina pin-on-disc, las muestras POD se cortaron por la mitad resultando en pequeñas muestras de 18 mm de largo por 17 mm de ancho, figura 3.45a. Puesto que el portamuestra de la máquina pin-on-disc está diseñado para muestras de geometría circular (discos), fue necesario diseñar y fabricar un aditamento de acero inoxidable para poder montar las muestras POD. El aditamento para el portamuestras se muestra en la figura 3.45b.

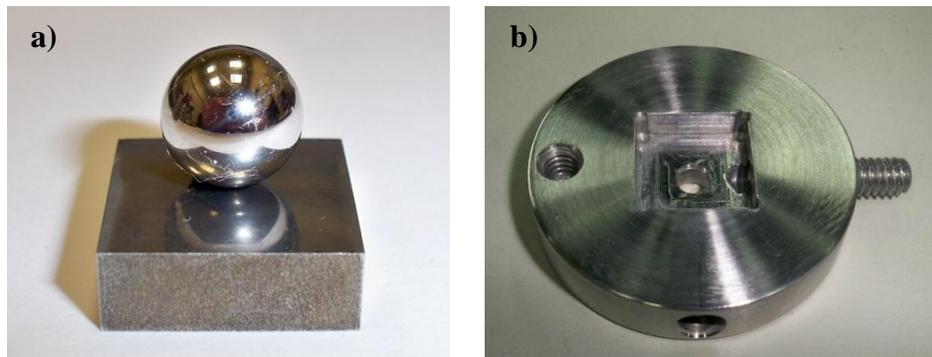


Figura 3.45 a) Muestra POD y esfera de aleación Co-Cr ASTM F75, y b) aditamento de acero inoxidable para pruebas en la máquina pin-on-disc.

Se realizaron dos tipos de pruebas tribológicas: una utilizando bolas de alúmina y otra utilizando esferas de aleación Co-Cr ASTM F75, ambas con 10 mm de diámetro. Por cada condición, se realizaron dos pruebas con cada tipo de esfera, tal como se muestra en la tabla 3.10. Las esferas de Co-Cr ASTM F75 se fabricaron en un torno CNC OKUMA ubicado en la empresa HEMAQ utilizando la misma aleación de las copas acetabulares (Co-Cr ASTM F75). Las esferas se pulieron a acabado espejo, siguiendo el

mismo proceso de pulido utilizado con las cabezas femorales, el cual se describe a detalle en la sección 3.2.1.3 del presente capítulo. La rugosidad promedio de las esferas de Co-Cr fue de 0.010  $\mu\text{m}$ .

Las pruebas tribológicas se realizaron utilizando una carga de 40 N y una velocidad de deslizamiento 219 RPM. El radio de las huella circular en las muestras fue de 6 mm y la distancia total recorrida durante cada prueba fue de 3,770 m (calculada utilizando las 100,000 revoluciones totales que duró la prueba). Para lubricar las pruebas se utilizó solución de Ringer preparada con la siguiente concentración de sales por litro: 8.6 gr de cloruro de sodio (NaCl), 0.3 gr de cloruro de potasio (KCl) y 0.33 gr de cloruro de calcio ( $\text{CaCl}_2$ ), utilizando agua desionizada. El coeficiente de fricción se monitoreó continuamente durante cada prueba utilizando un dinamómetro SHIMPO FGV-50 el cual también se utilizó para establecer la carga al principio de cada prueba. Las huellas de desgaste se analizaron mediante microscopía electrónica de barrido.

Tabla 3.10. Diseño experimental para pruebas pin-on-disc.

Condición	Esfera de Co-Cr		Esfera de alúmina	
	Rep. 1	Rep. 2	Rep. 1	Rep. 2
Co-Cr base (sin tratamiento)				
Co-Cr Nitrurada				
(TiN/CrN) x 3 Dúplex				
(TiN/CrN) x 3				
CrN Dúplex				
CrN				

Para determinar la pérdida de peso de las muestras, se realizó un análisis gravimétrico antes y después de cada prueba en una balanza Explorer OHAUS E12140 con precisión de 0.1 mg. Antes de cada análisis gravimétrico, las muestras fueron sometidas a 15 minutos de baño ultrasónico en agua desionizada utilizando un dispositivo

ACUASONIC modelo 75T. Los datos de cada prueba junto con las mediciones del coeficiente de fricción fueron registrados en una bitácora, cuyo formato se muestra en el apéndice A4. La pérdida de peso fue convertida en desgaste volumétrico utilizando las densidades específicas de  $8.33 \text{ gr/cm}^3$  para la aleación Co-Cr,  $6.0 \text{ gr/cm}^3$  para la aleación Co-Cr nitrurada y el recubrimiento CrN (dúplex y no dúplex) y  $5.6 \text{ gr/cm}^3$  para el recubrimiento multicapas (TiN/CrN)x3 (dúplex y no dúplex).

### 3.5.2.2 Pruebas de Corrosión

Las pruebas de corrosión se realizaron mediante la técnica polarización potenciodinámica. Los análisis se llevaron a cabo en una celda con tres electrodos, donde un electrodo de Ag/AgCl fungió como electrodo de referencia y una barra de grafito como contraelectrodo, tal como se muestra en la figura 3.46. Durante el estudio se utilizó solución de Ringer como electrolito utilizando la misma concentración de sales que las pruebas pin-on-disc descritas en la sección anterior. El proceso de control y adquisición de datos se realizó mediante un potenciostato/galvanostato Solartron SI 1287.

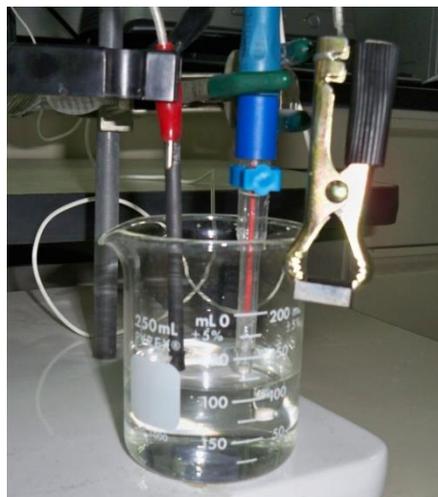


Figura 3.46 Celda electrolítica.

La superficie expuesta del electrolito durante las pruebas fue de  $15.59 \text{ cm}^2$ . Las curvas de polarización potenciodinámica se obtuvieron a una velocidad de barrido de  $0.5 \text{ mV/s}$ , comenzando en un potencial de  $-0.05 \text{ V}$  contra hasta  $1 \text{ V}$ , donde el cambio en la densidad

de corriente también fue medido. La porosidad del recubrimiento (P) se estimó de las mediciones electroquímicas utilizando la siguiente ecuación [77]:

$$P = \left( \frac{R_{pm(substrate)}}{R_{p(coating-substrate)}} \right) \times 10^{-|\Delta E_{cor}/\beta_a|}$$

donde  $R_{pm}$  es la resistencia de polarización del sustrato,  $R_p$  es la resistencia al a polarización medida del recubrimiento,  $\Delta E_{cor}$  es la diferencia de potencial de corrosión entre los potenciales del recubrimiento y el sustrato sin recubrir, y  $\beta_a$  es la pendiente anódica de Tafel para el sustrato. Después de las pruebas electroquímicas, las áreas expuestas del sustrato al electrolito fueron analizadas por microscopía electrónica de barrido y espectroscopía de energía dispersiva.

### 3.5.2 Pruebas de desgaste en el Simulador de cadera FIME II

#### 3.5.2.1 Descripción de las pruebas

Con el objetivo de evaluar la resistencia al desgaste de las muestras prototipo bajo condiciones similares a las encontradas al ser implantadas en el cuerpo humano, se realizaron pruebas tribológicas en el simulador de cadera FIME II [78,79], el cual se encuentra patentado ante el Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial (IMPI) bajo el título número 2174 (ver apéndice A5). En la figura 3.47 se muestra un esquema representativo del simulador de cadera FIME II.

Debido a los largos periodos de duración de las pruebas tribológicas en el simulador de cadera, no fue posible evaluar todas las muestras prototipo. Sólo cuatro condiciones superficiales fueron seleccionadas en base a los mejores resultados de las pruebas tribológicas en la máquina Pin-on-disc. Los pares tribológicos evaluados simultáneamente en el simulador de cadera fueron: Metal-Metal, CrN-Metal, Multicapas TiN/CrN-Metal y DLC-Metal. Las muestras prototipo utilizadas en los pares tribológicos durante las pruebas en el simulador de cadera se muestran en la tabla 3.11.

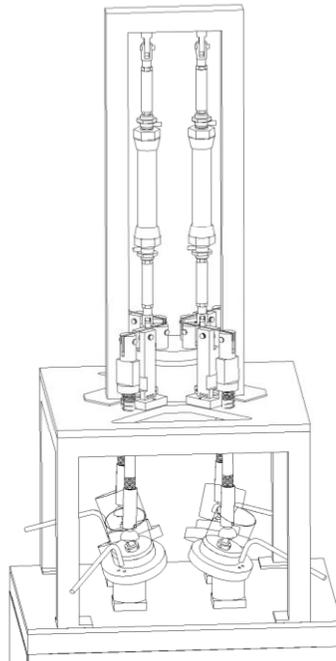


Figura 3.47 Esquema representativo del simulador de cadera FIME II.

Tabla 3.11 Muestras prototipo utilizadas durante las pruebas tribológicas en el simulador de cadera.

<b>Par tribológico</b>	<b>Cabeza femoral</b>	<b>Copa Acetabular</b>
Metal - Metal	MP 22	C 22
CrN - Metal	MP 10	C 06
TiN/CrN Metal	MP 15	C 15
DLC - Metal	MP 19	C 03

En el simulador de cadera FIME II, el cual cuenta con cuatro estaciones de pruebas, las copas acetabulares se colocan en la parte superior de las cabezas femorales y estas últimas se montan en una posición con un ángulo de inclinación de  $23^\circ$  con respecto al eje vertical. Durante las pruebas tribológicas, las muestras se sometieron a una carga variable aplicada sobre el eje vertical simulando el ciclo de Paul [80] con un pico máximo de fuerza de 1 kN, el cual se muestra en la figura 3.48a), además experimentaron los movimientos de la cadera humana en tres direcciones: flexión/extensión (FE), abducción/aducción (AA) y rotación interna y externa (RIE) con

las amplitudes de  $\pm 23^\circ$ ,  $\pm 23^\circ$  y  $\pm 7.5^\circ$  respectivamente. Los movimientos realizados por el simulador de cadera FIME II se muestran en la figura 3.48b.

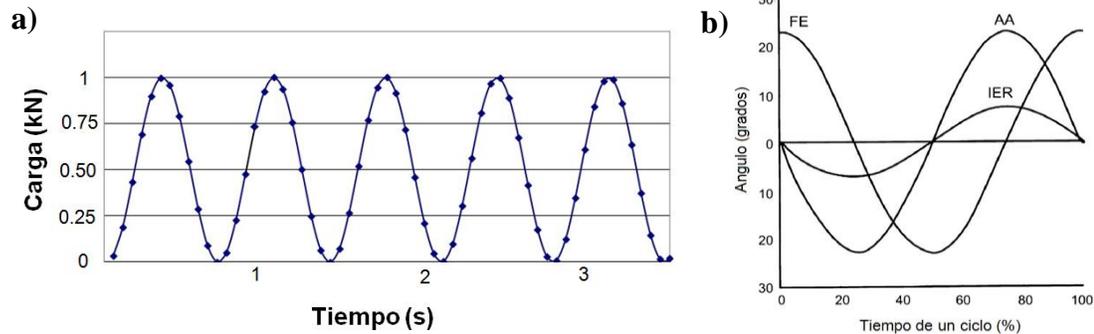


Figura 3.48 a) Ciclo de carga simplificado utilizado durante las pruebas tribológicas en el simulador de cadera FIME II y, b) curvas de los movimientos realizados por el simulador de cadera FIME II: flexión/extensión (FE), abducción/aducción (AA) y rotación interna y externa (RIE) [79].

Las pruebas se realizaron a 1.4 Hz durante dos millones de ciclos a temperatura ambiente ( $25^\circ\text{C}$ ) y se utilizó suero fetal bovino como lubricante (GIBCO® FBS con número de catálogo 16000-044), diluido al 25% con agua desionizada [81]. Actualmente, se ha estandarizado el uso de suero fetal bovino como lubricante para pruebas tribológicas en simuladores de cadera debido a que el contenido de proteínas es similar al del líquido sinovial presente en las articulaciones humanas. No se utilizó ningún aditivo ni fungicida en el lubricante. El volumen de lubricante en el que se sumergió cada par tribológico en cada estación de prueba fue de 150 ml.

La temperatura del lubricante se midió periódicamente durante las pruebas con un termómetro infrarrojo, debido a que la temperatura refleja la fricción entre la cabeza y la copa. Las pruebas se detuvieron a los 333 mil, 667 mil,  $1 \times 10^6$  y  $1.5 \times 10^6$  ciclos para cambiar el lubricante y realizar las mediciones gravimétricas y microscopía electrónica de barrido de las huellas de desgaste en las muestras. Los datos de cada prueba fueron registrados en una bitácora diseñada específicamente para pruebas en el simulador de cadera FIME II, cuyo formato se muestra en el apéndice A6.

### 3.5.2.2 Procedimiento para la operación del simulador de cadera FIME II

#### 3.5.2.2.1 Montaje de las muestras

##### Ensamble de cabezas femorales

El primer paso para realizar pruebas tribológicas en el simulador de cadera FIME II consistió en montar cada muestra prototipo en su respectiva estación de prueba. Antes de comenzar con el montaje de las cabezas femorales, se requiere fijar el contenedor de lubricante (recipiente de acrílico) al plato porta-esfera utilizando espuma de poliuretano como sello para evitar fugas. Se deja secar por 24 horas y posteriormente se hace una revisión de fugas vertiendo 200 ml de agua en el contenedor. En la figura 3.49 se puede observar el contenedor de acrílico unido a la base del porta-esfera de acero inoxidable por medio de la espuma.

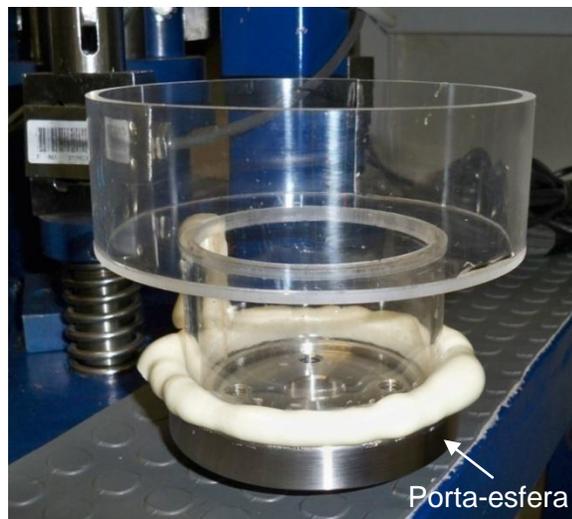


Figura 3.49 Contenedor de lubricante y porta-esfera del simulador de cadera.

Las cabezas femorales se ensamblan a su respectivo porta-esfera (base del contenedor de acrílico) por medio de un aditamento de acero inoxidable, el cual se muestra en la figura 3.50a. Para realizar el ensamble, se alinea el orificio del vástago de la cabeza femoral

con el orificio del aditamento, el cual se muestra en la figura 3.50b y se pasa un perno de acero inoxidable para fijar la cabeza y evitar cualquier rotación durante las pruebas.

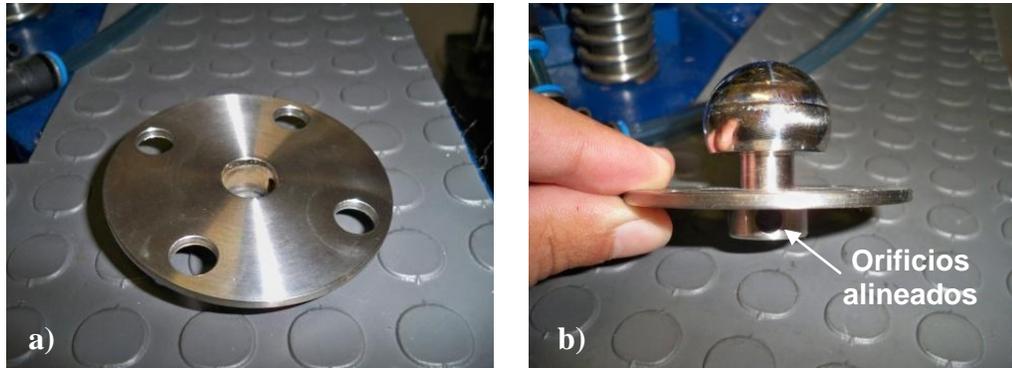


Figura 3.50 a) Aditamento de acero inoxidable y b) el orificio del vástago de la cabeza femoral y el orificio del aditamento alineados.

Una vez que se ensambla la cabeza femoral al aditamento, este se fija al porta-esfera por medio de cuatro tornillos de acero inoxidable y sus respectivas arandelas, tal como se muestra en la figura 3.51.

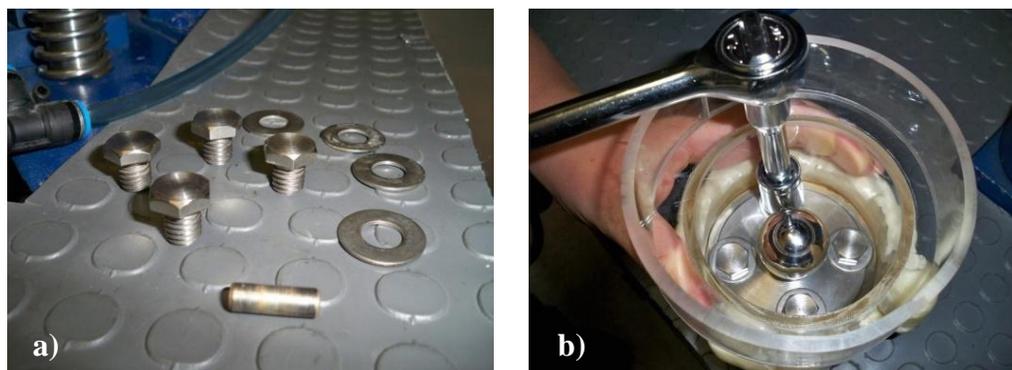


Figura 3.51 a) Tornillos, arandelas y perno de acero inoxidable y b) ensamble de la cabeza femoral al porta-esfera.

Una vez que esta ensamblado el aditamento con la cabeza femoral al porta-esfera, este último se ensambla a su respectiva base en la estación de pruebas (figura 3.52a) por medio de tres opresores, tal como se muestra en la figura 3.52b.

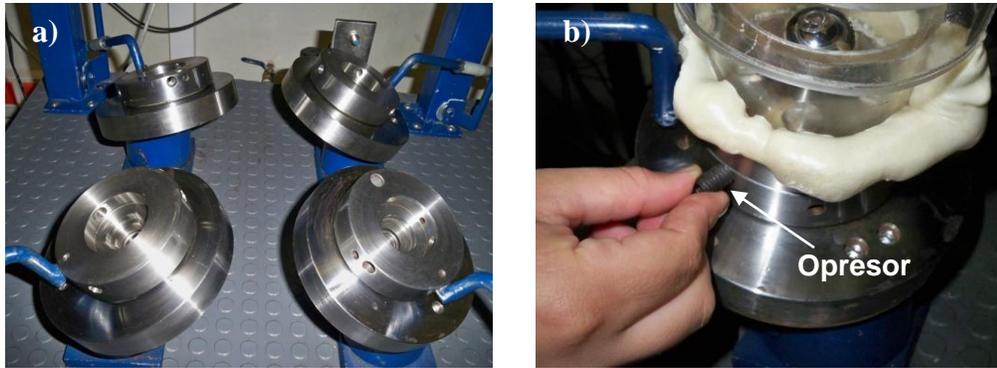


Figura 3.52 a) Estaciones de prueba del simulador de cadera y b) ensamble del porta-esfera por medio de opresores.

#### Ensamble de las copas acetabulares

Una vez ensambladas las cuatro cabezas femorales, se continua con el ensamble de las copas acetabulares, figura 3.53a. En este paso hay que tener mucho cuidado de ensamblar la copa correspondiente a su respectiva esfera en cada estación. Las copas acetabulares se montan en una pieza cilíndrica de acero inoxidable llamada “portamuestras para copa acetabular”, figura 3.53b. Tanto la copa como el portamuestras cuentan con una ranura o mamelón tal como se muestra en las figuras 3.53a, c y d, en la cual se introduce un perno para evitar la rotación de la copa durante las pruebas tribológicas. La copa se fija al portamuestra por medio un opresor de acero inoxidable, el cual llega a un descanso o plano en el vástago de la copa.

Finalmente, se ensambla el conjunto del portamuestra/barra de nivelación con los “brazos” del sistema de carga del simulador. Para lograr lo anterior, se requiere alinear los dos orificios ubicados en la parte superior de la espiga (figura 3.54b) con dos orificios exactamente iguales ubicados en los brazos del sistema de carga. Una vez alineados, se pasa un perno por cada orificio y se aseguran con un candado por cada lado, tal como se muestra en la figura 3.54b.

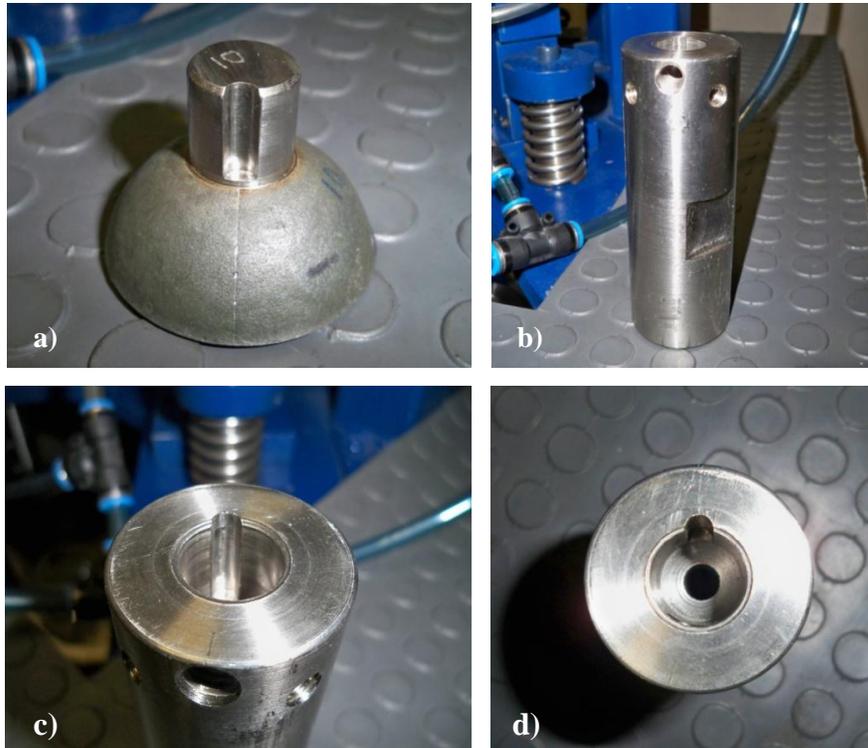


Figura 3.53 a) Copa acetabular, b) porta-copa, c) y d) mamelón en el porta-copa.

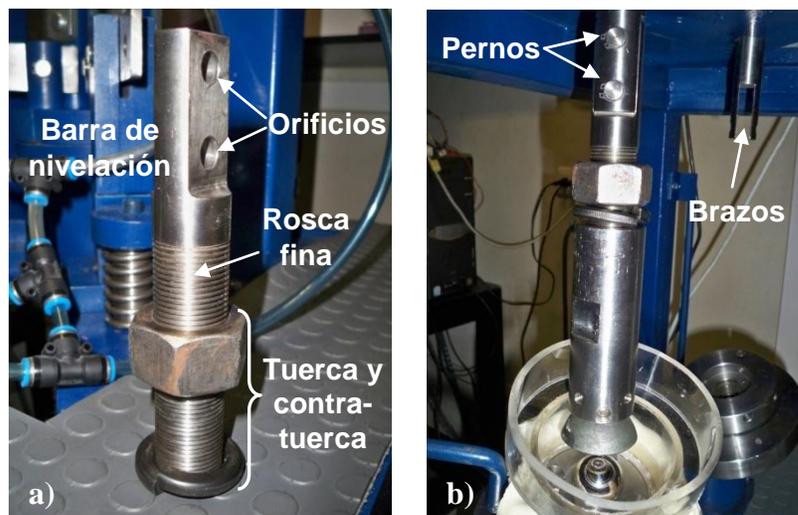


Figura 3.54 a) Espiga y b) conjunto porta-copa/espiga montado en uno de los brazos del simulador de cadera.

Durante las pruebas tribológicas, el movimiento giratorio de las cabezas femorales puede ser transmitido al conjunto copa/porta-copa, el cual debe permanecer fijo. Por lo tanto, para evitar la rotación del portamuestra en la rosca de la barra de nivelación, se utiliza un sistema de tuerca con contratuerca, el cual se muestra en la figura 3.54a. Este sistema también permite el ajuste del portamuestra en el eje vertical por medio de la rosca de la barra de nivelación, permitiendo calibrar la carga aplicada a las muestras al principio de la prueba.

#### 3.5.2.2.2 Preparación del lubricante

Después de montar los cuatro pares tribológicos (copa-espera) en el simulador de cadera, el siguiente paso es preparar la mezcla de suero bovino. Como se mencionó anteriormente, para lubricar las pruebas tribológicas en el simulador de cadera, se utilizó suero fetal bovino GIBCO® FBS con número de catálogo 16000-044, el cual se muestra en la figura 3.55.



Figura 3.55 Suero fetal bovino utilizado durante las pruebas en el simulador de cadera.

Para el presente estudio se utilizó una mezcla de 25% suero bovino y 75% de agua desionizada. La cantidad total de mezcla preparada por prueba fue de 600 ml (150 ml de suero y 450 ml de agua deionizada), los cuales se repartieron en 150 ml por cada una de las cuatro estaciones del simulador, tal como se muestra en la figura 3.56.

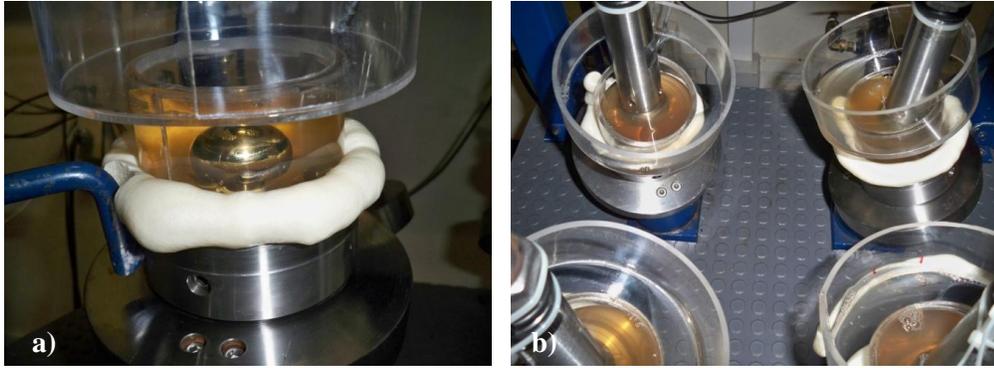


Figura 3.56 Lubricante en las estaciones de prueba: a) antes de montar las copas y b) después de montar las copas.

### 3.5.2.2.3 Revisión de los sistemas de carga variable

Después de vaciar el lubricante en cada una de las estaciones de prueba del simulador de cadera, el siguiente paso es revisar los sistemas de carga variable y de lubricación, tal como se describe a continuación:

Se revisa que todos los componentes del sistema de carga (figura 3.59) se encuentren en su lugar.



Figura 3.57 Sistema de carga variable del simulador de cadera y sus diferentes componentes.

Los pivotes deben de estar bien afianzados al riel de calibración en la posición adecuada de acuerdo a la calibración y se verifica que los opresores estén bien apretados, tal como se muestra en la figura 3.58.

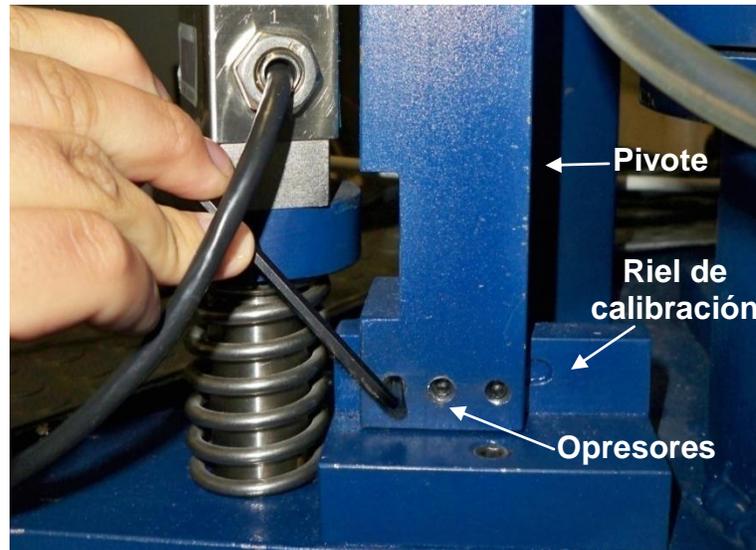


Figura 3.58 Ajuste de opresores de los pivotes.

Se revisa que todas las horquillas estén bien sujetas, sin ningún juego, y que todos los pernos (tres por estación) cuenten con sus dos candados (uno por cada lado), figura 3.69.

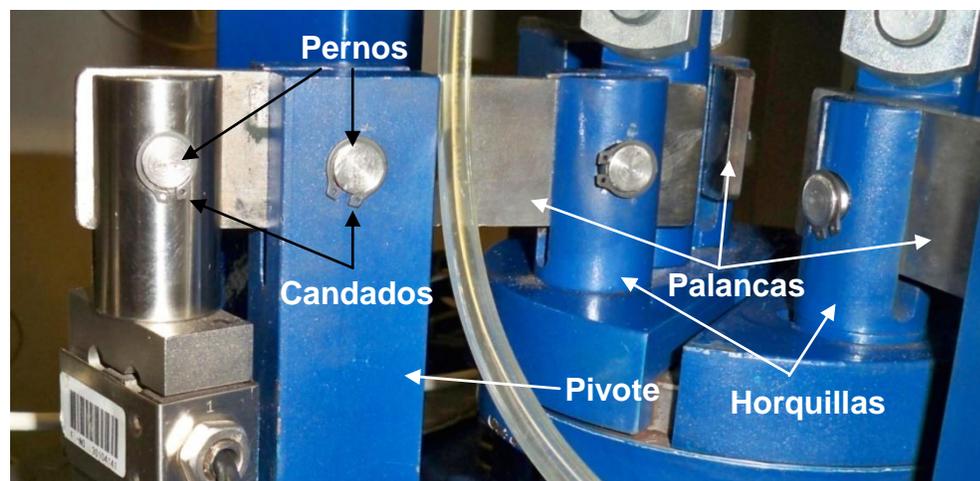


Figura 3.59 Sistema de carga variable del simulador de cadera y sus diferentes componentes.

#### 3.5.2.2.4 Sistema de lubricación automático

Por otra parte, para compensar el agua evaporada durante las pruebas y evitar cambios en el volumen y la concentración del lubricante, se implementó un sistema de lubricación automático, el cual se muestra en la figura 3.60a. Este sistema, consiste en dos contenedores de agua localizados en la parte superior del simulador de cadera FIME II (figura 3.60a), los cuales cuentan con una válvula solenoide en la parte inferior (figura 3.60b). La válvula solenoide permite el paso del agua por efecto de la gravedad. El volumen de agua que pasa a través de las válvulas solenoide está determinado por el intervalo de tiempo que abren, el cual se puede programar mediante un sistema integrado al contador de ciclos del simulador de cadera.

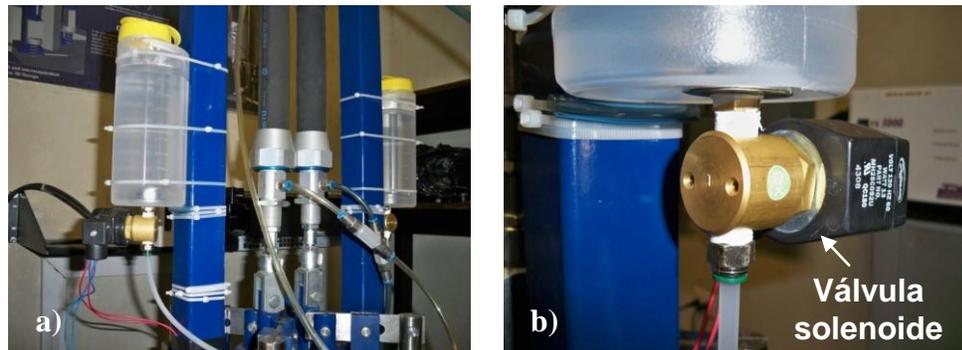


Figura 3.60 a) Sistema automático de suministro de agua y b) válvula solenoide.

Por último, se rellena el nivel de agua (1 litro) de los contenedores de agua del sistema de lubricación automático con agua desionizada y se revisa que el sensor del contador de ciclos se encuentre en su posición, tal como se muestra en la figura 3.61.

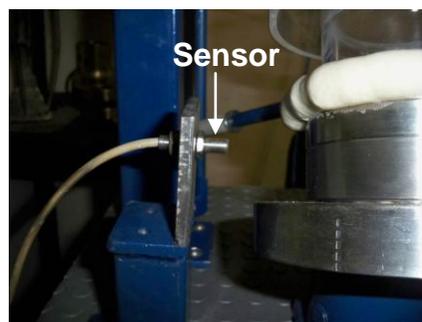


Figura 3.61 Sensor del contador de ciclos.

### 3.5.2.2.5 Encendido del simulador de Cadera FIME II

Una vez montadas las muestras en el simulador de cadera y revisados los puntos críticos mencionados anteriormente, se continua con el encendido del sistema de instrumentación y control del simulador de cadera.

1. El primer paso para encender el simulador de cadera es encender la computadora y la fuente de poder del sistema de carga variable, las cuales se muestran en la figura 3.62a. Al encender la fuente de poder también se enciende la válvula proporcional, apareciendo un cero en la pantalla, tal como se muestra en la sección b de la figura 3.62b.

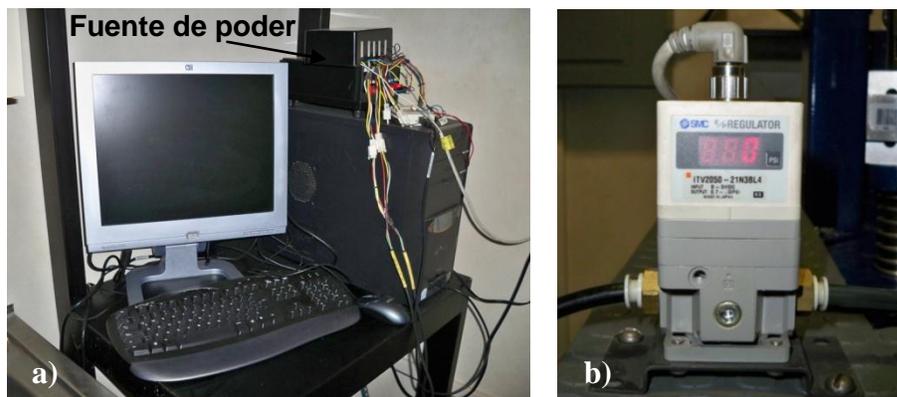


Figura 3.62 a) Computadora y fuente de poder del simulador de cadera y b) válvula proporcional.

2. El siguiente paso es conectar a corriente la fuente de poder que alimenta el motor del simulador de cadera además del contador de ciclos. En la figura 3.63 se muestran la fuente de poder y el contador de ciclos del simulador de cadera.

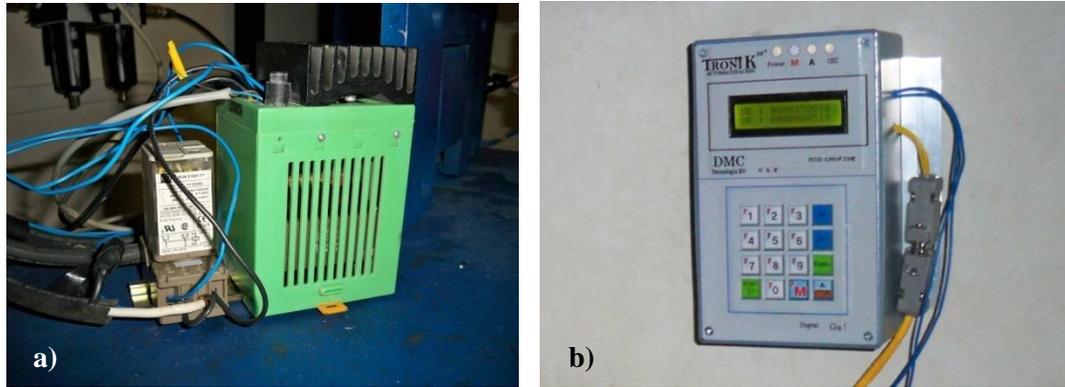


Figura 3.63 a) Fuente de poder y b) contador de ciclos.

3. Una vez encendidos el sistema de instrumentación y el contador de ciclos, el siguiente paso es abrir el programa LabView en la computadora y seleccionar la rutina InstrumentaciónHipSimulator.vi, con la cual se controla el sistema de carga del simulador. Una vez hecho lo anterior, se corre el programa “DefinedSignal 0v.lvm” para asegurarnos que la válvula proporcional esté en cero o cerrada.
4. Después de asegurarnos que la válvula proporcional se encuentra cerrada, el siguiente paso es abrir la válvula de aire (unidad de mantenimiento), la cual permite el paso del aire del compresor al simulador de cadera, figura 3.64.



Figura 3.64 Unidad de mantenimiento ubicada en la toma de aire.

5. Posteriormente se revisa la presión del aire en la unidad de mantenimiento del simulador de cadera, figura 3.65.



Figura 3.65 Unidad de mantenimiento del simulador de cadera.

En este momento, la carga en las cuatro estaciones de pruebas del simulador de cadera debe de ser 0 kN. Lo anterior se puede verificar en el panel frontal del LabView.

#### 3.5.2.2.6 Calibración de carga

Un paso crucial en la preparación de las pruebas tribológicas en el simulador de cadera es la calibración de la carga en cada una de las estaciones de prueba del simulador de cadera. El sistema de carga cuenta solamente con dos músculos neumáticos (figura 3.66a) los cuales ejercen la carga en las cuatro estaciones de prueba. Por tal motivo, cada musculo neumático está conectado con dos estaciones de prueba a través de un semi-plato, ver figura 3.66b. Debido a lo anterior, la fuerza ejercida por cada musculo debe de balancear entre las dos estaciones conectadas para alcanzar la carga máxima requerida en cada estación. Para el presente estudio, la carga máxima requerida para cada estación fue de 1 kN, tal como se mencionó anteriormente. La calibración de la carga se realiza cuando las muestras todavía en estado estacionario, es decir, antes de encender el motor para iniciar el movimiento giratorio de las muestras. Para iniciar la calibración de la carga, se corre el programa “PaulLento a 1.3v.lvm”, con el cual se regula el paso de aire a través la válvula proporcional hacia los músculos neumáticos generando los ciclos de

carga. Los dos músculos neumáticos junto con la configuración del subsistema de distribución de fuerzas del sistema de carga variable y el programa “PaulLento a 1.3v.lvm”, tienen la capacidad de generar hasta 2kN por cada musculo, los cuales se reparten entre las dos estaciones correspondientes, ver figura 3.66.

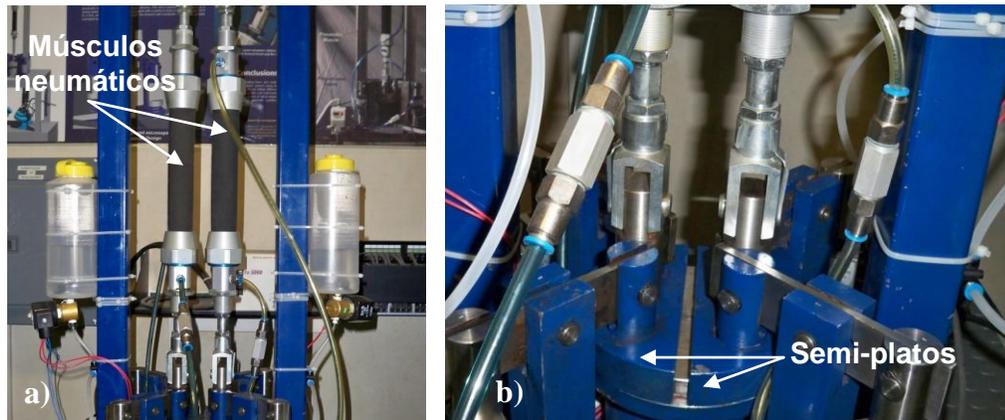


Figura 3.66 a) Sistema de carga variable del simulador de cadera FIME II y b) subsistema de distribución de fuerzas del sistema de carga variable.

Una vez que se corre el programa “PaulLento a 1.3v.lvm” y los músculos neumáticos empiezan a trabajar, se regula la fuerza en cada estación ajustando la altura del portamuestra para copa en la barra de nivelación. Cuando se logra la sincronización entre las curvas de las cuatro estaciones en LabView a una carga máxima de 1 kN y la carga mínima oscila entre 0 y 0.3 kN tal como se muestra en la figura 3.67, se detiene el programa presionando STOP en el panel frontal de LabView, con lo cual se interrumpe el flujo de aire.

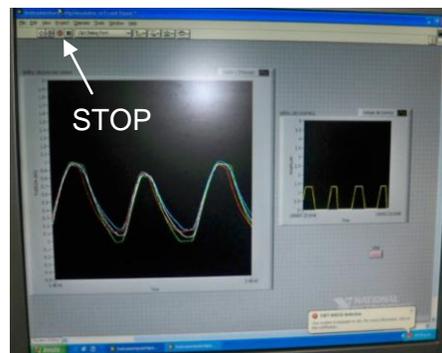


Figura 3.67 Panel frontal del programa “InstrumentaciónHipSimulator.vi” en LabView, mostrando los ciclos de carga con una pico máximo de 1 kN.

Cuando se interrumpe el flujo del aire y los músculos neumáticos dejan de trabajar, se aprietan las tuercas en cada estación y se fija cada una de las mangueras del sistema de lubricación automático a su respectivo portamuestra para copa por medio de dos cinchos, tal como se muestra en la figura 3.68.



Figura 3.68 Sistema de tuerca-contratuerca listos después de la calibración de la carga y, manguera del sistema automático de suministro de agua sujeta por medio de cinchos.

#### 3.5.2.2.7 Inicio de pruebas

Una vez calibrada la fuerza en cada estación del simulador, solo resta iniciar las pruebas tribológicas. El primer paso para iniciar las pruebas es programar el paro automático del motor al completar cierta cantidad de ciclos. Lo anterior se realiza por medio del contador de ciclos, el cual se muestra en la figura 3.69. Se inicia con el contador de ciclos en Modo Automático presionando la tecla “A/CLR”, tal como se muestra en la figura 3.69.



Figura 3.69 Contador de ciclos del simulador de cadera.

Después de cambiar a Modo Automático, hay que retroceder tres pantallas presionando las teclas azules (flechas <<, >>) hasta llegar a la pantalla con las leyendas “UP” (Unidades Propuestas) y “UE” (Unidades Establecidas), figura 3.70.



Figura 3.70 Pantalla de Unidades Propuestas y Unidades Establecidas del contador de ciclos del simulador de cadera.

En esta pantalla se ingresa el número de ciclos a los que se desea detener la prueba en el simulador y se presiona “Enter”. Al presionar “Enter” la cantidad ingresada en UP automáticamente es copiada en el campo de UE. Para la prueba de 1.5 millones de ciclos, el primer paro se realizó a los 333 mil ciclos por lo que la cantidad que se ingresó fue 333,000, figura 3.71.



Figura 3.71 Contador de ciclos del simulador de cadera con paro automático programado a los 300 mil ciclos.

Una vez que se ingresa la cantidad de ciclos y se presiona “Enter”, utilizando las teclas azules regresamos una pantalla donde se encuentran las leyendas “UE” (Unidades Establecidas) y “UR” (Unidades Restantes), ambas mostrando la cantidad de ciclos ingresados anteriormente, tal como se muestra en la figura 3.72 y presionamos “START” en el contador de ciclos.



Figura 3.72 Pantalla de Unidades Establecidas y Unidades Restantes en el contador de ciclos del simulador de cadera.

Al presionar START se activa el motor iniciado el movimiento giratorio de las muestras, y la cantidad de ciclos transcurridos se va restando de la cantidad de ciclos restantes (UR), figura 3.73.



Figura 3.73 Pantalla del contador ciclos al inicio de la prueba.

Al cumplirse la cantidad de ciclos establecidos el motor se detendrá automáticamente y las muestras dejarán de girar, pero el sistema de carga seguirá funcionando por lo que se debe de detener manualmente.

### 3.5.2.3 Mediciones gravimétricas

Las mediciones gravimétricas se realizaron utilizando una balanza gravimétrica Explorer OHAUS E12140 con precisión de 0.1 mg. Previo a las mediciones gravimétricas, las muestras se limpiaron durante cada paro del simulador de cadera utilizando agua, detergente y un cepillo con fibras de Nylon. Posteriormente, las muestras pasaron por un baño ultrasónico durante un periodo de 15 minutos utilizando agua desionizada utilizando un dispositivo ACUASONIC modelo 75T. Después del baño ultrasónico, las muestras se dejaron secar por varias horas en el área de mediciones previo a las mediciones gravimétricas. Finalmente las muestras se pesaron diez veces y se obtuvo un peso promedio. La pérdida de peso fue convertida en desgaste volumétrico utilizando las densidades específicas de  $8.33 \text{ gr/cm}^3$  para la aleación Co-Cr,  $6.0 \text{ gr/cm}^3$  para el recubrimiento CrN,  $5.6 \text{ gr/cm}^3$  para el recubrimiento multicapas (TiN/CrN)x3 y  $2.5 \text{ gr/cm}^3$  para el recubrimiento DLC.

### 3.5.3 Pruebas de fricción

El coeficiente de fricción de los pares tribológicos copa-esfera se determinó previo a las pruebas tribológicas en el simulador de cadera FIME II utilizando una estación de prueba del simulador de cadera FIME I [40] debido a que para realizar estas mediciones se requiere de un simulador de cadera tipo péndulo, tal como se mencionó en el capítulo anterior. Las pruebas de fricción se realizaron utilizando una carga constante de 1 kN además de suero fetal bovino diluido al 25% en agua desionizada como lubricante, igual que en las pruebas tribológicas en el simulador de cadera FIME II. En la figura 3.74 se muestra la estación de pruebas del simulador de cadera FIME I ensamblada para la prueba de fricción. El coeficiente de fricción se calculó a partir de las lecturas obtenidas con un dinamómetro digital SHIMPO FGV-50.



Figura 3.74 Estación de pruebas del simulador FIME I.

#### 3.5.3.1 Procedimiento para la medición de la fricción en los pares tribológicos.

1. El primer paso para realizar las pruebas de fricción es ensamblar las muestras a su respectivo portamuestra tal como se explicó en la sección 3.6.3.2.1. En este tipo de pruebas se utiliza un recipiente para lubricante diferente a los utilizados en simulador de cadera FIME II debido al diseño de la estación de pruebas. Antes de comenzar las pruebas de fricción se requiere de fijar el contenedor de lubricante (recipiente de acrílico) al plato porta-esfera utilizando espuma de poliuretano como sello para evitar fugas. Se deja secar por 24 horas y posteriormente se hace una revisión de fugas. El recipiente de lubricante se muestra en la figura 3.75. Una vez ensambladas las muestras en sus respectivos portamuestras, estos últimos se ensamblan en la estación de pruebas del simulador de cadera FIME I, tal como se muestra en la figura 3.74.



Figura 3.75 Recipiente de lubricante.

2. Una vez ensambladas las muestras se agrega el lubricante (suero fetal bobino).
3. La carga se aplica apretando el tornillo situado en la parte superior de la estructura, el cual comprime un resorte ubicado en el interior de portamuestra para copa (sistema tipo clutch). La distancia necesaria para comprimir el resorte a 1 kN, fue de 8.8 mm y se calculó previamente a las pruebas de fricción, utilizando las celdas de carga del simulador de cadera FIME II.
4. Posteriormente, se coloca la estructura a  $90^\circ$  con respecto a la base, tal como se muestra en la figura 3.76a, se prepara el dinamómetro digital con el aditamento de gancho, y se verifica su calibración., tal como se puede apreciar en la figura 3.76b.

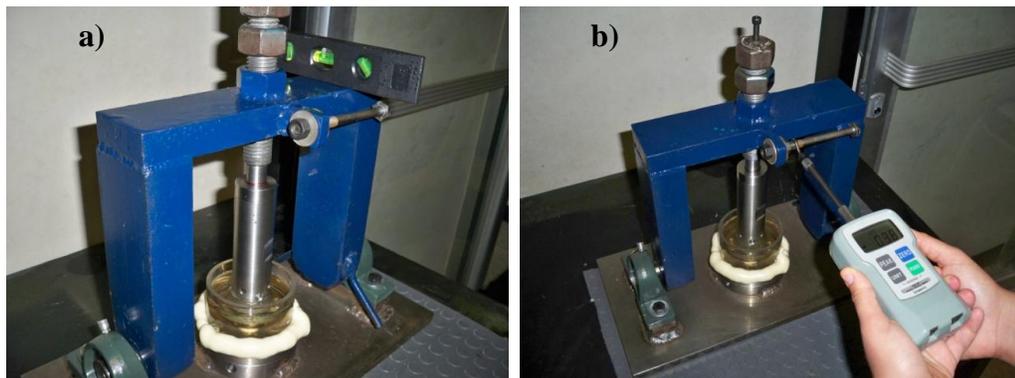


Figura 3.76 a) Estructura posicionada a  $90^\circ$  con respecto a la base y, b) dinamómetro digital con aditamento de gancho.

5. Las pruebas de fricción se realizan estirando el dinamómetro gradualmente, observando la carátula hasta poder mover la estructura, rompiendo el estado de reposo. La última lectura detectada antes del movimiento es documentada. En la figura 3.77 se puede observar este proceso.



Figura 3.77 Medición de la fuerza necesaria para mover la estructura

6. Este proceso se repite 10 veces y se obtiene un promedio

Las pruebas de fricción descritas anteriormente se llevaron a cabo antes de realizar las pruebas tribológicas en el simulador de cadera FIME II.

# Capítulo 4

## RESULTADOS

En el presente capítulo se presentan los resultados experimentales y análisis efectuados de las diferentes condiciones superficiales obtenidas, las cuales fueron caracterizadas en términos de propiedades microestructurales, mecánicas, tribológicas y electroquímicas utilizando diferentes técnicas analíticas de caracterización tales como microscopía de fuerza atómica (MFA), microscopía electrónica de barrido (MEB), espectrografía dispersiva de electrones (EDS), perfilometría, espectroscopía de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES), nanoindentación, difracción de rayos X (DRX), prueba de rayado (scratch test), pruebas de desgaste de micro-abrasión, pin-on-disc, pruebas en simulador de cadera.

### **4.1 Selección de parámetros óptimos para el proceso de nitruración iónica de la aleación Co-Cr ASTM F1537**

Tal como se mencionó en el capítulo anterior, se realizaron cinco procesos de nitruración iónica utilizando cinco diferentes potenciales de nitruración (1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0) con el objetivo de seleccionar los parámetros óptimos para este proceso en la aleación Co-Cr en el dispositivo CDS-1. El potencial de nitruración óptimo fue seleccionado al final de la caracterización de las muestras de acuerdo a parámetros tales como: el espesor de la capa compuesta, rugosidad, dureza y módulo elástico. Los resultados de la caracterización de las muestras nitruradas se presentan a en la siguiente sección.

#### 4.1.1 Microscopía de fuerza atómica

Con el objetivo de estudiar la morfología superficial de las muestras testigo después de los diferentes procesos de nitruración, se utilizó la técnica de microscopía de fuerza atómica (MFA). Por medio de esta técnica se determinó el parámetro de rugosidad  $R_a$  y se obtuvo una imagen de la topografía de las muestras en tres dimensiones. En la figura 4.1 se muestran imágenes de  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$  de las muestras prototipo nitruradas con los siguientes potenciales de nitruración: a) 1.0, b) 1.5, c) 2.0, d) 2.5, e) 3.0 además de la imagen de una muestra de aleación Co-Cr sin nitrurar (figura 4.1f). Estas imágenes fueron tomadas con una sensibilidad-z alrededor de  $800\ \text{nm}$ ,  $1.150\ \mu\text{m}$ ,  $1.500\ \mu\text{m}$ ,  $2.000\ \mu\text{m}$ ,  $3.000\ \mu\text{m}$  y  $50.00\ \text{nm}$  respectivamente.

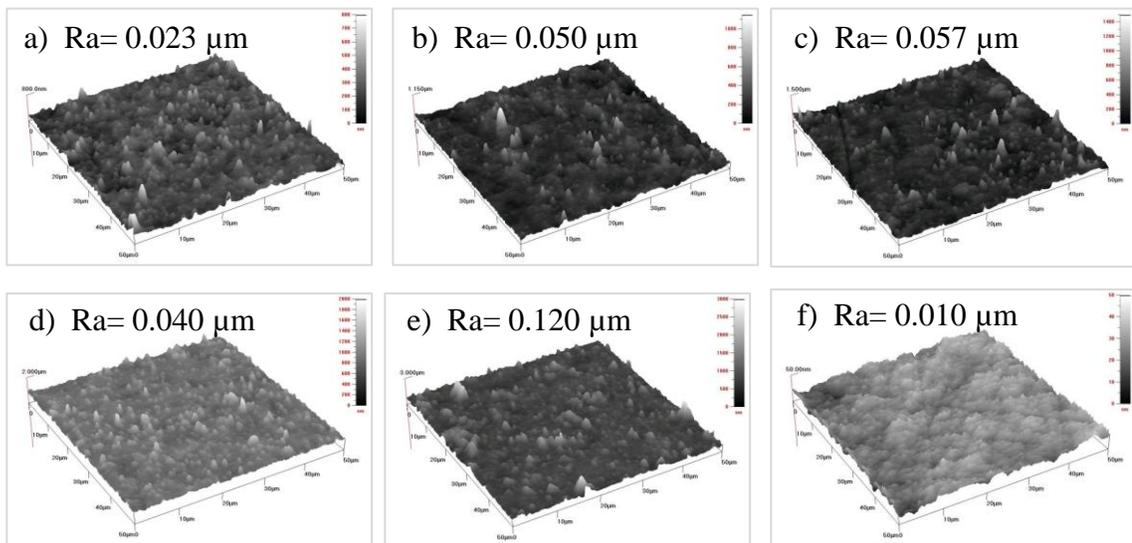


Figura 4.1 Microscopía de fuerza atómica de las muestras nitruradas con los siguientes potenciales de nitruración: a) 1.0, b) 1.5, c) 2.0, d) 2.5, e) 3.0 y, f) Co-Cr base (sin nitrurar).

#### 4.1.2 Microscopía electrónica de barrido

En la figura 4.2 se presentan las micrografías de la sección transversal de las muestras sometidas a los diferentes procesos de nitruración iónica con los siguientes potenciales de nitruración: a) 1.0, b) 1.5, c) 2.0, d) 2.5, e) 3.0 magnificadas a 1000x.

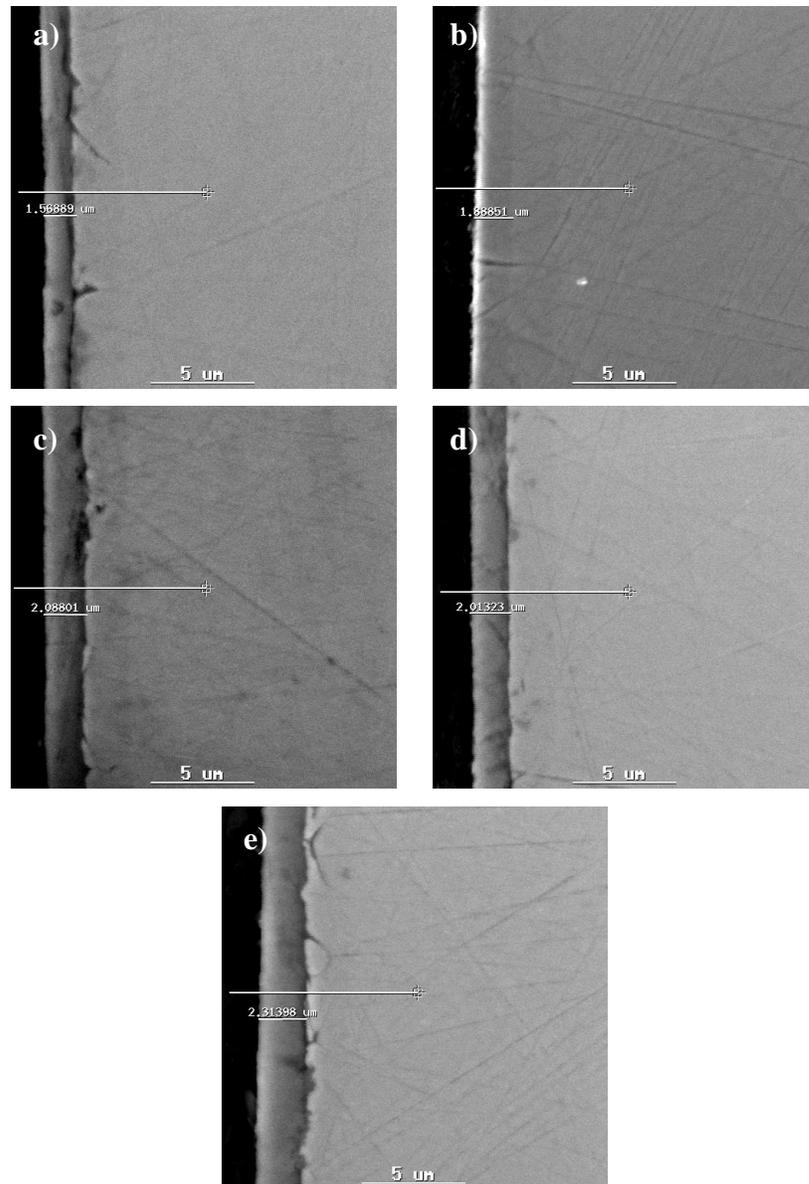


Figura 4.2 Micrografías de la sección transversal de las muestras nitruradas con los siguientes potenciales de nitruración: a) 1.0, b) 1.5, c) 2.0, d) 2.5, e) 3.0 magnificadas a 1000x.

En cada una de las micrografías se aprecia la formación de una capa sobre la superficie de las muestras después del proceso de nitruración iónica. El espesor de cada capa compuesta se midió mediante MEB y los resultados se presentan en la tabla 4.1.

#### 4.1.3 Espectroscopía de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES)

El perfil de composición elemental cualitativo y semicuantitativo en superficie y en profundidad de las muestras nitruradas se obtuvo mediante la técnica de espectroscopía de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES, por sus siglas en inglés). En la figura 4.3 se presenta una comparación de la concentración de nitrógeno en la capa compuesta de las muestras nitruradas con los siguientes potenciales de nitruración: a) 1.0, b) 1.5, c) 2.0, d) 2.5, e) 3.0.

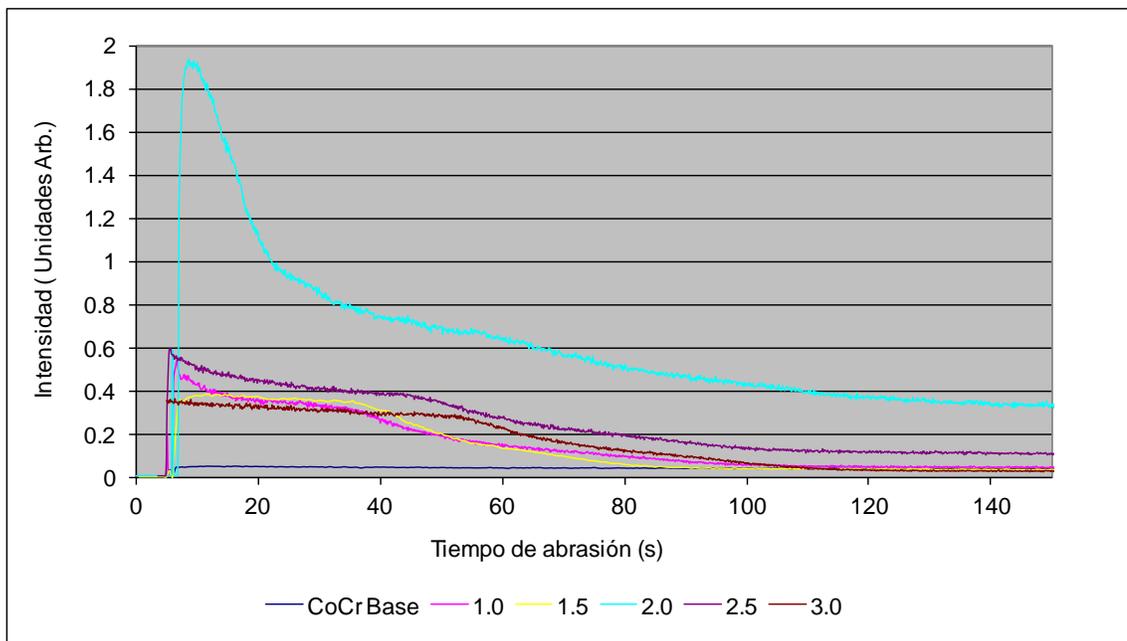


Figura 4.3 Comparación de la concentración de nitrógeno en la capa compuesta de cada una de las muestras nitruradas con diferentes potenciales de nitruración: a) 1.0, b) 1.5, c) 2.0, d) 2.5, e) 3.0.

#### 4.1.4 Determinación y análisis de propiedades mecánicas por nanoindentación

Los resultados de las pruebas de nanoindentación en las muestras nitruradas se presentan en la tabla 4.1, mostrando los valores de dureza (H) y modulo de elasticidad (E) en GPa. En la tabla 4.1 también se incluyen resultados de rugosidad (Ra) y el espesor de la capa compuesta medido por MEB.

Tabla 4.1 Propiedades mecánicas de las diferentes muestras nitruradas.

Muestras No.	Potencial	Espesor ( $\mu\text{m}$ )	Ra ( $\mu\text{m}$ )	H (GPa)	E (GPa)
Co-Cr Base	-	-	0.010	8.31	267
N6	1.0	1.57	0.023	13.02	242
N1	1.5	1.89	0.050	11.48	218
N5	2.0	2.09	0.057	11.04	220
N4	2.5	2.01	0.040	13.42	257
N3	3.0	2.31	0.120	9.98	234

De acuerdo a los resultados presentados anteriormente, se estableció el potencial de 2.5 como el potencial óptimo para los procesos posteriores de nitruración iónica de la aleación Co-Cr en el dispositivo CDS-1. A pesar de que la muestra nitrurada con un potencial de 3.0 presentó la capa compuesta de mayor espesor (2.31  $\mu\text{m}$ ), la rugosidad de esta muestra fue también la más elevada (Ra=0.120  $\mu\text{m}$ ), además de que sus propiedades mecánicas presentaron los valores más bajos en comparación con las otras muestras (H=9.98 GPa y E=234 GPa). Sin embargo, en la muestra nitrurada con un potencial de 2.5 se formó una capa compuesta con un espesor similar al de las muestras nitruradas con los potenciales 2.0 y 3.0 (2.01  $\mu\text{m}$ ), además de presentar el valor de rugosidad más bajo de las muestras mencionadas anteriormente (Ra= .040  $\mu\text{m}$ ) y de presentar los valores de dureza y de modulo de elasticidad más altos (H=13.42 GPa y E=257 GPa) de todas las muestras.

## 4.2 Caracterización de muestras testigo después de los tratamientos superficiales

### 4.2.1 Microscopía electrónica de barrido de las muestras prototipo y análisis de composición química por EDS

La estructura de las diferentes condiciones obtenidas se analizó mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB). Mediante esta técnica se determinó el espesor de las capas de los recubrimientos analizando la sección transversal de las muestras, además de obtener el perfil de composición elemental en profundidad de cada condición tanto cualitativa como semicuantitativamente por medio de un barrido lineal de la sección transversal de las muestras usando la técnica de espectroscopía dispersiva de energía de rayos X (EDS). En las figuras 4.4 a 4.9 se presentan las micrografías de cada una de las diferentes condiciones obtenidas junto con el perfil de composición elemental obtenido por la técnica de EDS.

En la figura 4.4a se muestra la micrografía de la sección transversal de la muestra MT Co-Cr 1 nitrurada con un potencial de 2.5, donde se observa la formación de una capa compuesta con 3.5  $\mu\text{m}$  de espesor. Las concentraciones de los principales elementos encontrados en la capa compuesta fueron 62% Cr, 14% Mo, 12% Mn y 11% N (% en peso), tal como se muestra en el espectro de la composición química en la figura 4.4b.

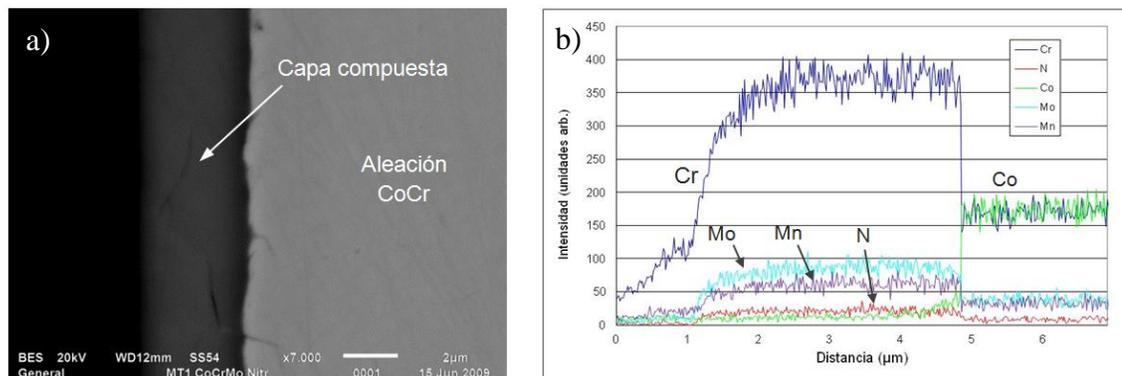


Figura 4.4 a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 1 (Co-Cr nitrurada), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa.

La micrografía de la sección transversal de la muestra MT Co-Cr 2, la cual fue recubierta con CrN en sistema dúplex, se muestra en la figura 4.5a. En la micrografía se puede observar una capa de CrN de 3.25  $\mu\text{m}$  de espesor creada por PVD, seguida por una capa compuesta de 3.5  $\mu\text{m}$  de espesor, la cual se formó durante el proceso de nitruración iónica previo al proceso de recubrimiento por PVD. Los porcentajes de la composición elemental obtenida por medio EDS a través del barrido lineal del perfil de la muestra fueron 84% Cr, y 16% N (% en peso) para la capa de CrN y 62% Cr, 11% N, 14% Mo y 12% Co (% en peso) para la capa compuesta, tal como se muestra en la figura 4.5b.

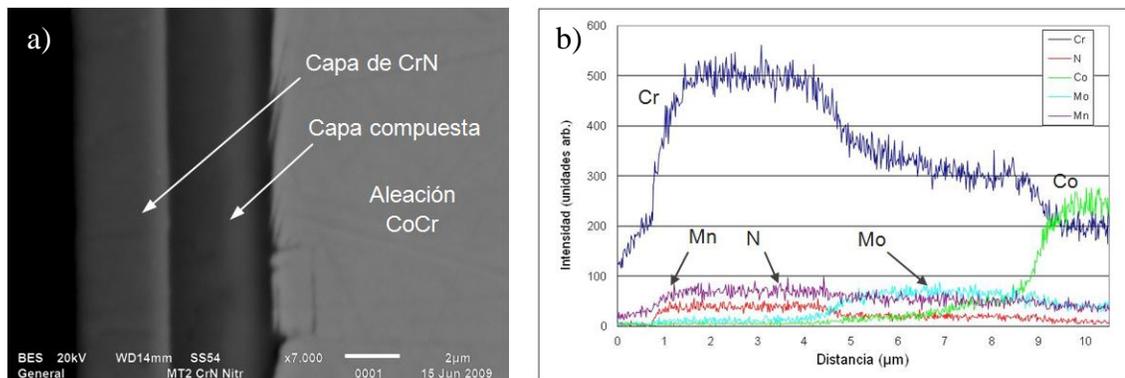


Figura 4.5 a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 2 (CrN dúplex), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa de la misma muestra.

En la figura 4.6a se muestra la micrografía de la sección transversal de la muestra MT Co-Cr 3, la cual fue recubierta con multicapas de (TiN/CrN) x 3 en sistema dúplex. La configuración de este recubrimiento consistió en tres capas de TiN de 1  $\mu\text{m}$  de espesor, intercaladas con tres capas de CrN de 0.25  $\mu\text{m}$ , resultando en un recubrimiento multicapas de 3.75  $\mu\text{m}$  de espesor seguido por una capa compuesta con 3.5  $\mu\text{m}$  de espesor creada por un proceso de nitruración iónica de la muestra antes del proceso de recubrimiento por PVD. La composición química de cada capa de TiN fue de 74% Ti, 10% Cr y 16% N (% en peso). La composición química de cada capa de CrN fue la siguiente: 70% Cr, 20% Ti y 10% N (% en peso). La composición elemental de la capa compuesta fué: 62.5% Cr, 20% Co, 14.5 % Mo y 3% N (% en peso).

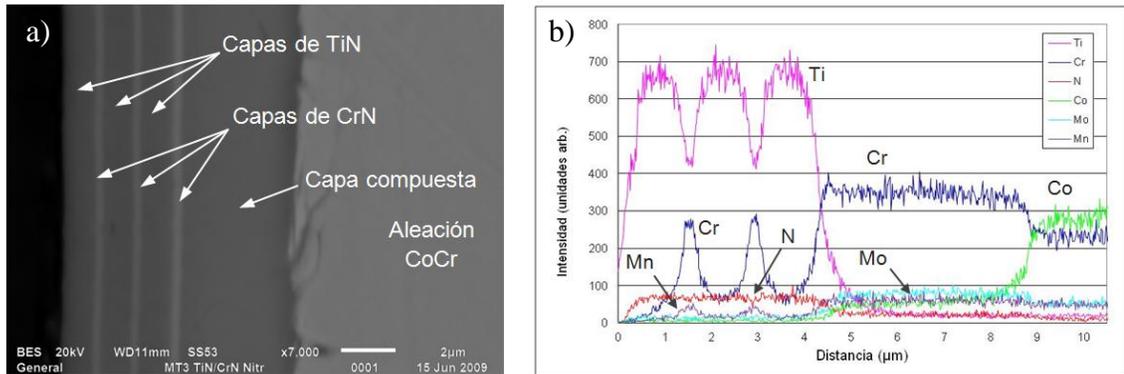


Figura 4.6 a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 3 (recubrimiento multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa de la misma muestra obtenida mediante un barrido lineal de la sección transversal de la muestra por medio de la técnica de EDS.

En las figuras 4.7 y 4.8 se muestran las micrografías y composiciones elementales de las muestras MT Co-Cr 4 (CrN no-dúplex) y MT Co-Cr 5 (sistema multicapas (TiN/CrN)x3 no-dúplex), revelaron que las configuraciones, composiciones químicas y espesores de los recubrimientos PVD son idénticos que en los recubrimientos PVD en sus contrapartes dúplex (muestras MT Co-Cr 2 y MT Co-Cr 3) sólo que sin la presencia de la capa compuesta formada durante el proceso de nitruración iónica.

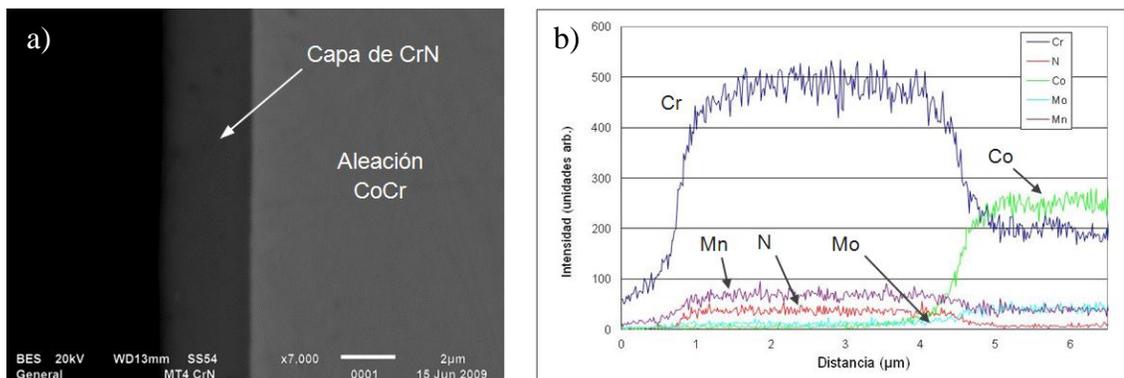


Figura 4.7 a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 4 (CrN no-dúplex), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa de la misma muestra obtenida mediante un barrido lineal de la sección transversal de la muestra por medio de la técnica de EDS.

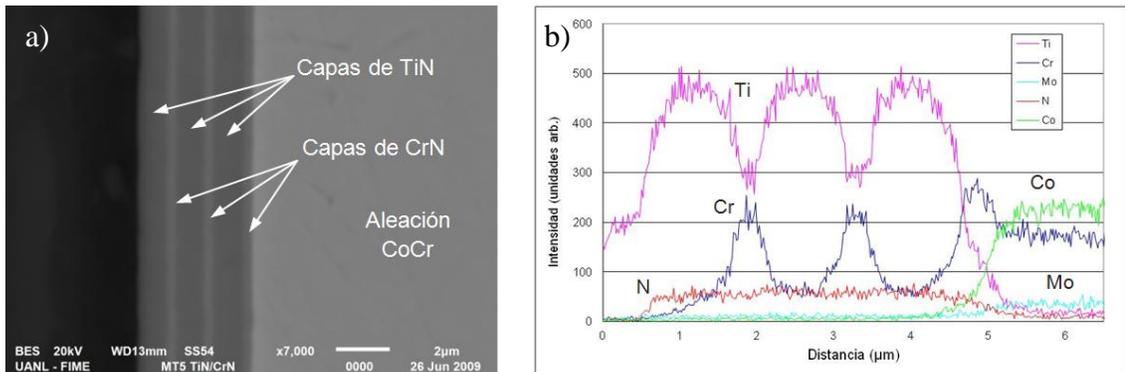


Figura 4.8 a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 5 (recubrimiento multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa de la misma muestra obtenida mediante un barrido lineal de la sección transversal de la muestra por medio de la técnica de EDS.

En la figura 4.9a se presenta la micrografía de la sección transversal de la muestra MT Co-Cr 6 en la cual se aprecia la capa de recubrimiento de carbono tipo diamante (DLC) de 2 µm de espesor. El análisis de realizado por EDS reveló que este recubrimiento está compuesto principalmente por carbono y silicio, tal como se muestra en la figura 4.9b.

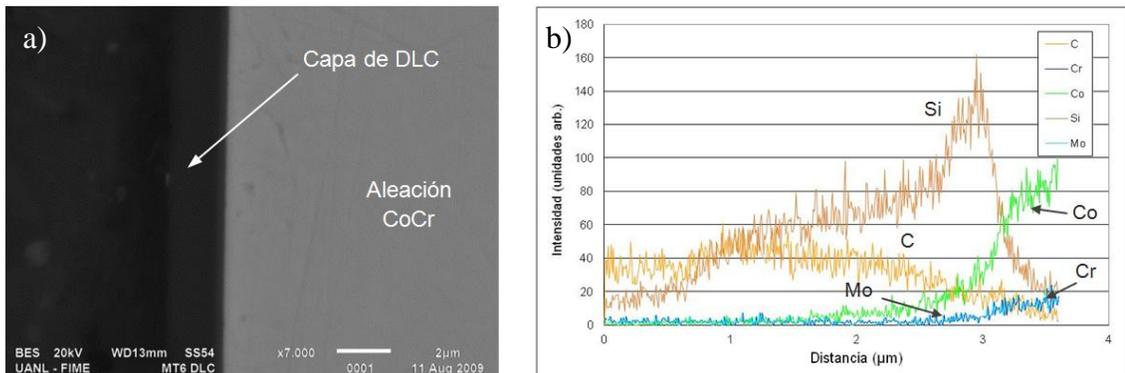


Figura 4.9 a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 6 (recubrimiento de DLC), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa de la misma muestra obtenida mediante un barrido lineal de la sección transversal de la muestra por medio de la técnica de EDS.

#### 4.2.2 Estudio topográfico por MFA

Con el objetivo de estudiar la morfología superficial de las muestras testigo se utilizó la técnica de microscopía de fuerza atómica (MFA). Por medio de esta técnica se determinó el parámetro de rugosidad  $R_a$  y se obtuvo una imagen de la topografía de las muestras en tres dimensiones. En la figura 4.10 se presentan las imágenes obtenidas por MFA de las muestras testigo con las siguientes condiciones superficiales: a) Co-Cr nitrurada, recubiertas con: b) DLC, c) CrN dúplex, d) CrN no-dúplex, y con recubrimientos multicapas (TiN/CrN) x 3: e) dúplex y f) no-dúplex. Estas imágenes fueron tomadas con una sensibilidad-z alrededor de 160 nm, 96 nm, 2.330  $\mu\text{m}$ , 4.630  $\mu\text{m}$ , 3.360  $\mu\text{m}$  y 5.610  $\mu\text{m}$  respectivamente.

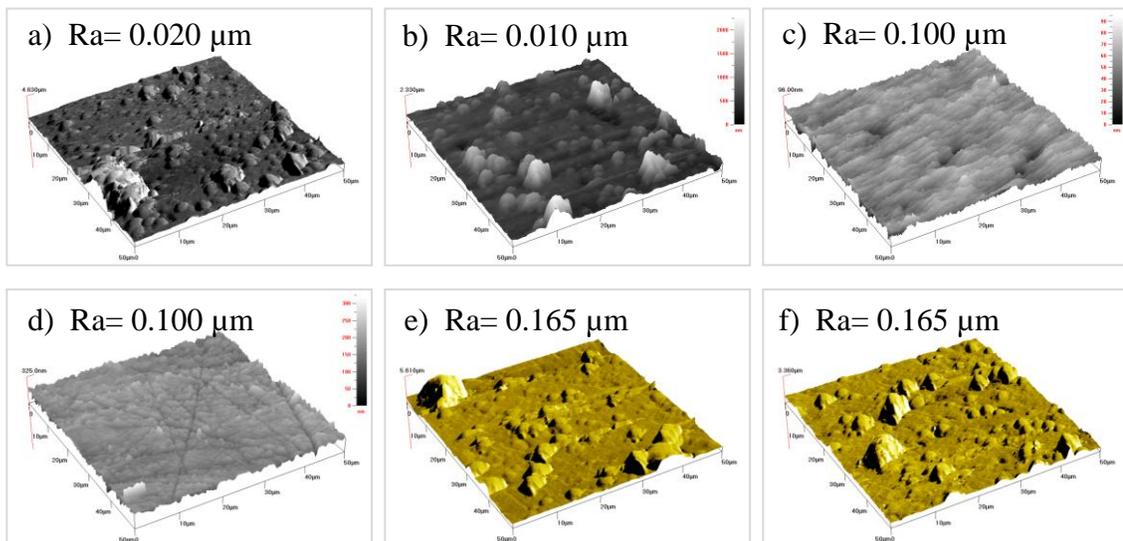


Figura 4.10 Microscopía de fuerza atómica de las muestras testigo con las siguientes condiciones superficiales: a) Co-Cr nitrurada, con recubrimientos b) DLC, c) CrN dúplex, d) CrN no-dúplex, y con recubrimientos multicapas (TiN/CrN) x 3: e) dúplex y f) no-dúplex.

#### 4.2.3 Determinación y análisis de propiedades mecánicas por nanoindentación

En la tabla 4.2 se presentan propiedades mecánicas de las muestras testigo tales dureza (H) y módulo elástico (E) obtenidas por la técnica de nanoindentación, además los valores de espesor de los recubrimientos y rugosidad superficial Ra.

Tabla 4.2 Propiedades mecánicas de las diferentes condiciones superficiales.

<b>Muestra</b>	<b>Espesor (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Rugosidad Ra (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Dureza H (GPa)</b>	<b>Modulo de Young E (GPa)</b>
Co-Cr base	---	0.010	8.31	267
Co-Cr nitrurada	3.5	0.020	12.62	231
CrN duplex	3.25 CrN 3.5 Capa Compuesta	0.100	19.64	286
CrN	3.25	0.100	19.40	283
(TiN/CrN) $\times$ 3 duplex	3.75 (TiN/CrN) $\times$ 3 3.5 Capa Compuesta	0.165	26.23	400
(TiN/CrN) $\times$ 3	3.75	0.165	26.62	384
DLC	2	0.010	14.01	142

#### 4.2.4 Análisis de fases por difracción de rayos X

##### 4.2.4.1 Muestra de aleación Co-Cr

La estructura cristalográfica de la muestra de aleación Co-Cr sin tratamiento, la cual fue obtenida por difracción de rayos X en el modo de haz rasante, se muestra en la figura 4.11. La estructura está compuesta por las fases  $\alpha$  (FCC) y  $\epsilon$  (HCP). En este difractograma se pueden observar orientaciones preferenciales para la fase  $\alpha$  (FCC)

correspondientes a reflexiones de los picos de Bragg en los planos (111), (200), (220), (311) y (222) con un alto grado de cristalinidad principalmente en los ángulos  $2\theta = 43.89^\circ$  y  $51.03^\circ$ , lo cual es reflejado en la alta intensidad de los picos. Además de la fase FCC, también se pueden observar orientaciones preferenciales para la fase  $\epsilon$  (HCP) correspondientes a las reflexiones en los planos (100), (101), (102), (103), (112) y (004) con un alto grado de cristalinidad principalmente en los ángulos  $2\theta = 47.03^\circ$  y  $90.99^\circ$ , lo cual es reflejado en la alta intensidad de los picos.

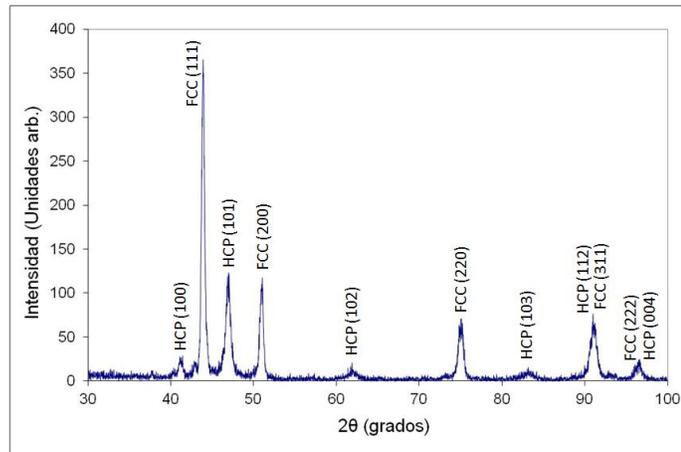


Figura 4.11 Patrón de difracción de rayos X obtenido para el muestra de aleación Co-Cr.

#### 4.2.4.2 Muestra de aleación CoCr después del proceso de nitruración iónica

La estructura cristalográfica de la muestra de MT CoCr 1, la cual fue sometida un proceso de nitruración iónica con un potencial de nitruración de 2.5, fue obtenida por difracción de rayos X en el modo de haz rasante. En la figura 4.12 se muestra el difractograma obtenido para la muestra de Co-Cr nitrurada, en el cual se pueden observar orientaciones preferenciales para la fase FCC de CrN correspondientes a reflexiones correspondientes de los picos de Bragg en los planos (111), (200), (220), (311), (222) y (400) con un alto grado de cristalinidad principalmente en los ángulos  $2\theta=37.59^\circ$  y  $43.91^\circ$ , lo cual es reflejado en la alta intensidad de los picos. También se pueden observar orientaciones preferenciales para la fase de Co-Cr  $\alpha$  (FCC) principalmente en los planos (111) y (200) con un alto grado de cristalinidad en los ángulos  $2\theta=44.41^\circ$  y  $50.55^\circ$  respectivamente.

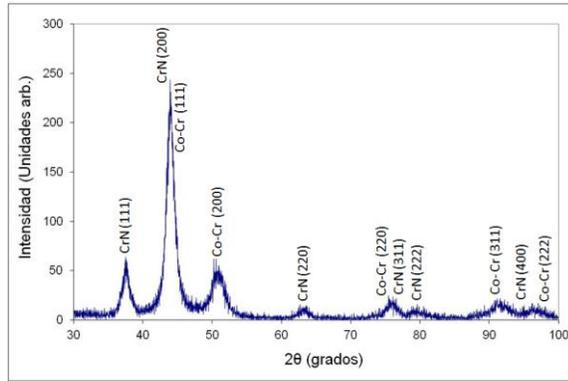


Figura 4.12 Patrón de difracción de rayos X obtenido para la muestra MT CoCr 01 después del proceso de nitruración iónica.

#### 4.2.4.3 Recubrimiento CrN

En la figura 4.13 se puede observar la estructura cristalográfica del recubrimiento CrN obtenida por difracción de rayos X en el modo de haz rasante. Este difractograma fue obtenido para el recubrimiento depositado sobre las muestras MT CoCr 2 (CrN dúplex) y MT CoCr 4 (CrN no-dúplex). En el patrón de difracción se observan orientaciones preferenciales a la fase FCC del CrN correspondientes a reflexiones de los picos de Bragg en los planos (111), (200), (311) y (222) en los ángulos  $2\theta = 37.15^\circ$  y  $43.61^\circ$ ,  $75.23^\circ$  y  $78.97^\circ$ . Adicionalmente se observan reflexiones de menor intensidad de los picos de Bragg en los planos (220), (400) en los ángulos  $2\theta = 63.25^\circ$  y  $91.17^\circ$ .

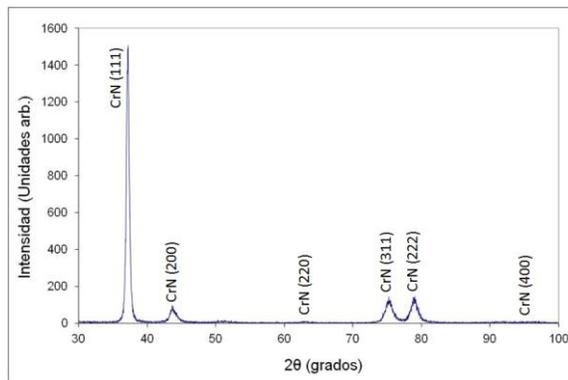


Figura 4.13 Patrón de difracción de rayos X obtenido para el recubrimiento CrN depositado en las muestras MT CoCr 02 (CrN dúplex) y MT CoCr 04 (CrN no-dúplex).

#### 4.2.4.4 Recubrimiento multicapas (TiN/CrN) x 3

La figura 4.14 muestra un difractograma para el recubrimiento multicapas (TiN/CrN) x 3 depositado sobre el sustrato de aleación Co-Cr. Los picos corresponden a la fase FCC de las capas TiN y CrN, lo cual indica que ambos recubrimientos conservaron las características cristalinas típicas de las monocapas en el sistema multicapa. En el patrón de difracción se observan orientaciones preferenciales a la fase TiN correspondientes a las reflexiones de los picos de Bragg en los planos (111) y (222) para los ángulos  $2\theta = 36.47^\circ$  y  $77.29^\circ$  respectivamente los cuales presentan una alta cristalinidad, lo cual se refleja en la alta intensidad de los pico. También se observan orientaciones preferenciales a la fase CrN correspondientes a las reflexiones de los picos de Bragg en los planos (111), (200) y (222) para los ángulos  $2\theta = 37.17^\circ$ ,  $42.75^\circ$  y  $78.89^\circ$ .

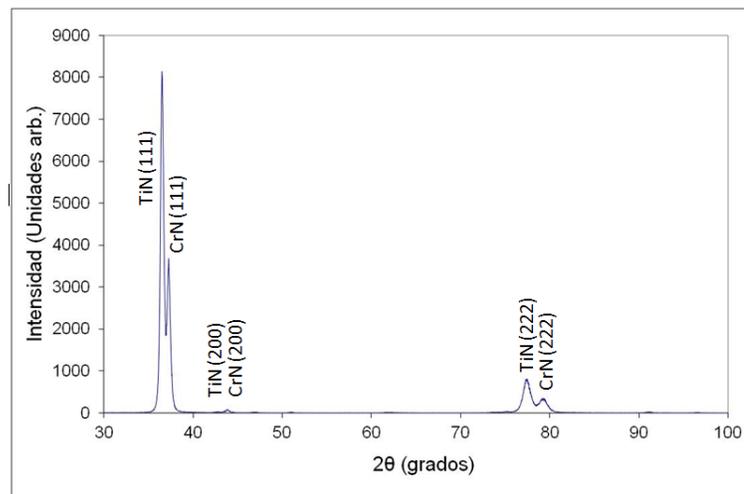


Figura 4.14 Patrón de difracción de rayos X obtenido para el recubrimiento multicapas de (TiN/CrN) x 3 depositado en las muestras MT CoCr 03 (multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex) y MT CoCr 05(multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex).

#### 4.2.4.5 Recubrimiento DLC

En la figura 4.15 se puede observar la estructura cristalográfica del recubrimiento DLC obtenida por difracción de rayos X en el modo de haz rasante. Este difractograma fue obtenido para un recubrimiento depositado sobre la muestra MT Co-Cr 6. Todas las reflexiones de los picos de Bragg en los diferentes planos corresponden a los de las fases de la aleación Co-Cr mostrados en la figura 4.11.

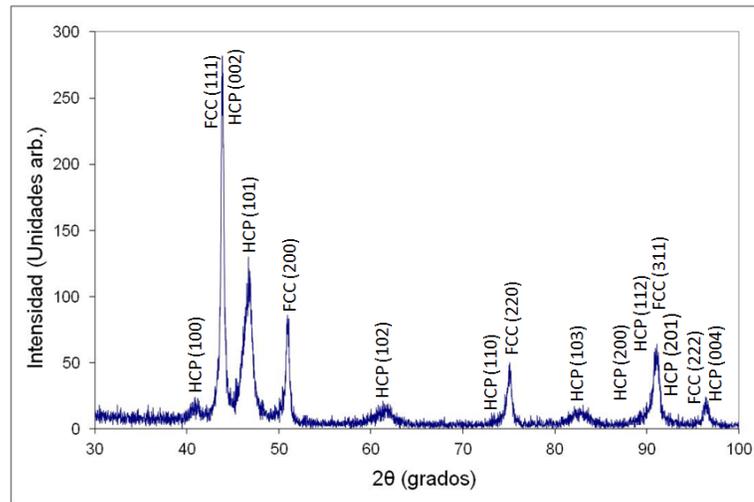


Figura 4.15 Patrón de difracción de rayos X obtenido para el recubrimiento DLC depositado en la muestra MT CoCr 06.

#### 4.2.5 Análisis de adhesión por la técnica de rayado

Las propiedades de adhesión o de resistencia al rayado de las diferentes condiciones superficiales obtenidas fueron cuantificadas en términos de cargas críticas correspondientes a los diferentes modos de falla mencionados en la sección 3.4.6. Los valores promedio de las cargas críticas correspondientes a los diferentes modos de falla se presentan en la tabla 4.3.

Tabla 4.3 Cargas críticas correspondientes a los diferentes modos de falla presentes durante la prueba de rayado en cada una de las condiciones obtenidas.

Muestra	Cargas críticas			
	$L_{C0}$ (N)	$L_{C1}$ (N)	$L_{C2}$ (N)	$L_{C3}$ (N)
	Aparición de la primera grieta	Inicio de desprendimiento del material	Pérdida de adhesión	Desprendimiento total del material
Co-Cr nitrurada	3.85	32.00	50.17	54.00
CrN dúplex	7.14	30.82	69.84	72.00
CrN no-dúplex	5.50	22.48	57.40	60.00
(TiN/CrN)×3 dúplex	9.40	32.27	N/A	68.30
(TiN/CrN)×3no-dúplex	7.96	12.90	55.00	58.50
DLC	3.30	4.80	4.80	18.79

De acuerdo a los resultados de la prueba de rayado, los recubrimientos dúplex (CrN y el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3) exhibieron cargas críticas más altas que sus contrapartes no-dúplex, indicando que la capa compuesta creada durante el proceso de nitruración iónica incrementa el soporte de carga para los recubrimientos PVD. El recubrimiento CrN dúplex presentó la carga crítica más alta ( $L_{C3} = 72N$ ).

#### 4.2.5.1 Determinación de los modos de falla por microscopía óptica.

En las figuras 4.16 a 4.21 se muestran las imágenes obtenidas por microscopía óptica donde se observa el comportamiento presentado por las diferentes condiciones superficiales después de la prueba de rayado.

Las fallas que tomaron lugar durante la prueba de rayado en la muestra MT Co-Cr 1 (Co-Cr nitrurada) se muestran en la figura 4.16. Al principio de la prueba, la primera grieta se presentó en el centro de la huella de rayado paralela a la dirección de rayado al registrarse una carga 3.85 N ( $L_{C0}$ ), tal como se muestra en la figura 4.16a. Conforme la carga continuó incrementando debido a la acción del indentador, aparecieron grietas tensiles a 10 N, las cuales se muestran en la figura 4.16b. Estas grietas están alineadas transversalmente a la huella de rayado y la distancia entre las grietas está en el rango de 25 a 30  $\mu\text{m}$ . Conforme avanzó el indentador y la carga incrementó, la distancia entre las grietas disminuyó y el material se desprendió de la orilla de las grietas a través de la huella de rayado por primera vez cuando se alcanza una carga de 32 N (figura 4.16c). Este evento puede ser considerado el inicio del desprendimiento del material ( $L_{C1}$ ). Al alcanzar una carga de 50.17 N el sustrato se expuso por primera vez a la superficie en la huella de rayado, (figura 4.16d). Este evento puede ser considerado como la pérdida de adhesión de capa compuesta ( $L_{C2}$ ). Finalmente, la capa compuesta se desprendió totalmente del sustrato en la huella de rayado al alcanzar una carga de 54 N ( $L_{C3}$ ), tal como se muestra en la figura 4.16d.

En la figura 4.17 se muestran las fallas ocurridas durante la prueba de rayado en la muestra MT Co-Cr 2 (CrN dúplex). En esta muestra, la primera grieta se detectó en la orilla de la huella de rayado paralela a la dirección de rayado cuando se alcanzó una carga de 7.14 N ( $L_{C0}$ ), tal como se muestra en la figura 4.17a. Cuando se alcanzó una carga de 20 N, aparecieron ligeras grietas tensiles en la huella de rayado transversalmente a la dirección de rayado con una distancia entre grietas en el rango de 5 a 8  $\mu\text{m}$  (figura 4.17b). Conforme la carga continuó incrementando, las grietas tensiles se volvieron más pronunciadas y el desprendimiento del material tomó lugar a los 30.88

N, tal como se muestra en la figura 4.17b. Este evento puede ser considerado como el inicio del desprendimiento del material debido a fallas cohesivas ( $L_{C1}$ ). Cuando la carga incrementó a 69.84 N el sustrato se volvió visible a través de las grietas y una sección completa del material fue bruscamente removida en la huella de rayado, tal como se muestra en la figura 4.17d. Este evento puede ser considerado como la primera ruptura donde se perdió la adhesión del recubrimiento al sustrato ( $L_{C2}$ ). El recubrimiento se desprendió totalmente del sustrato cuando se alcanzó una carga de 72 N ( $L_{C3}$ ), figura 4.17d.

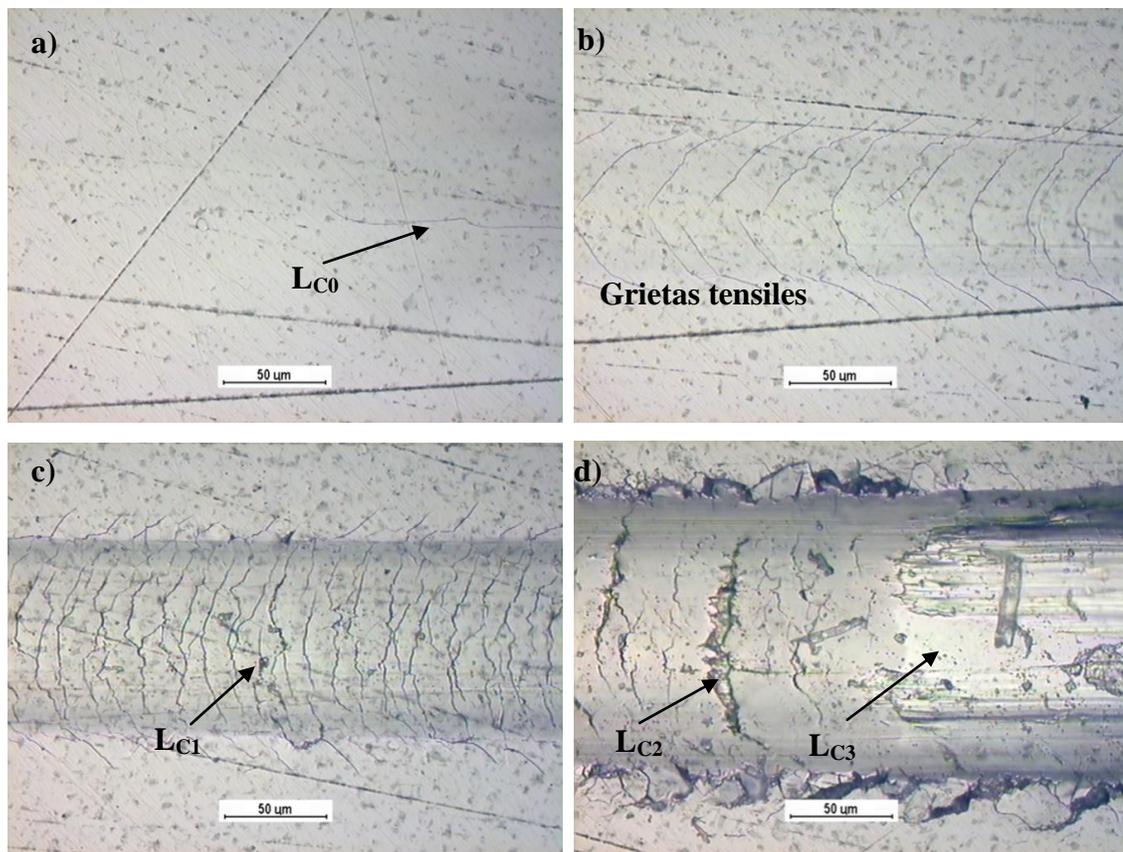


Figura 4.16 Micrografía de la huella de rayado en la muestra MT Co-Cr 1 (Co-Cr nitrurada) magnificada a 500x (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 3.85 N, b) propagación de grietas en la huella a 10 N, c) grietas e inicio del desprendimiento de material ( $L_{C1}$ ) a 32 N, d) pérdida de adhesión ( $L_{C2}$ ) a 50.17 N y desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 54 N.

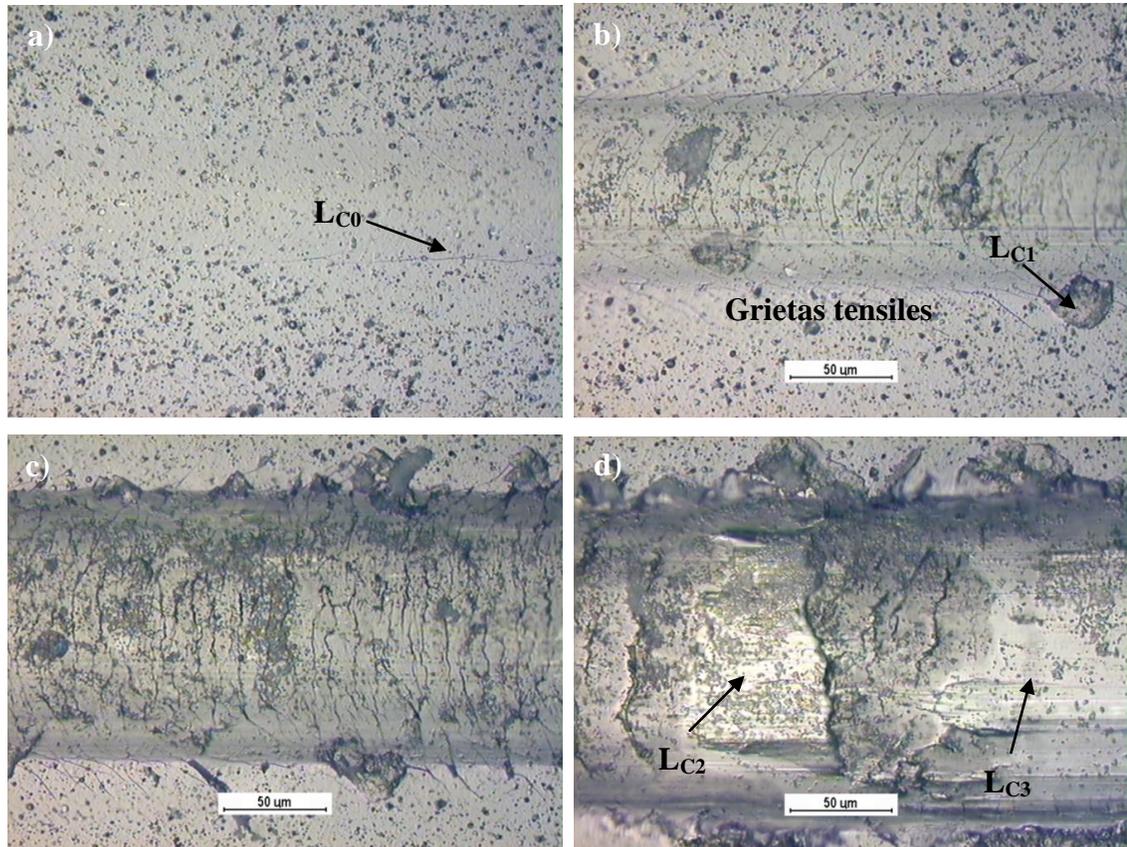


Figura 4.17 Micrografía de la huella de rayado en la muestra MT Co-Cr 2 (CrN dúplex) a 500x de magnificación (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 7.14 N, b) inicio del desprendimiento del material ( $L_{C1}$ ) a 30.88 N, c) grietas y desprendimiento de material a 60 N, d) pérdida de adhesión ( $L_{C2}$ ) a 69.84 N y desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 72 N.

Para la muestra MT Co-Cr 3 (multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex), la parte principal de la huella de rayado se muestra en la figura 4.18. Al inicio de la prueba, se presentó agrietamiento en la superficie porosa del recubrimiento TiN cerca de las orillas de la huella de rayado paralela a la dirección de rayado cuando la carga aplicada incrementó a 9.40 N ( $L_{C0}$ ), figura 4.18a. Conforme la carga continuó incrementando, el desprendimiento de la capa de TiN ocurrió a 32.27 N, presentándose la primera falla cohesiva ( $L_{C1}$ ) y el recubrimiento de CrN se hizo visible en algunas secciones de la huella, tal como se muestra en la figura 4.18b, además ligeras grietas tensiles aparecieron transversalmente a la dirección del rayado. Al incrementarse la carga, las grietas tensiles se volvieron más pronunciadas y la capa de TiN fue removiendase de la

superficie, tal como se muestra en la figura 4.18c. Cabe mencionar que las grietas tensiles fueron similares a las encontradas en la muestra MT Co-Cr 2 (CrN dúplex). Se puede asumir que las grietas tensiles pertenecen a la capa de CrN, debido a que cuando las capas de TiN se desprendieron en la huella de rayado, las grietas permanecieron en la capa de CrN, tal como se presenta en la figura 4.18c. Pareciera ser un recubrimiento de CrN agrietado con una capa de TiN untada sobre la superficie. Finalmente, cuando la carga aplicada alcanzó los 68.30 N, el recubrimiento fue súbitamente removido de la huella de rayado ( $L_{C3}$ ), tal como se muestra en la figura 4.18d. El sustrato nunca fue visible hasta que se alcanzó esta carga por lo que no fue posible identificar la primera ruptura a través del recubrimiento ( $L_{C2}$ ) en la huella de rayado.

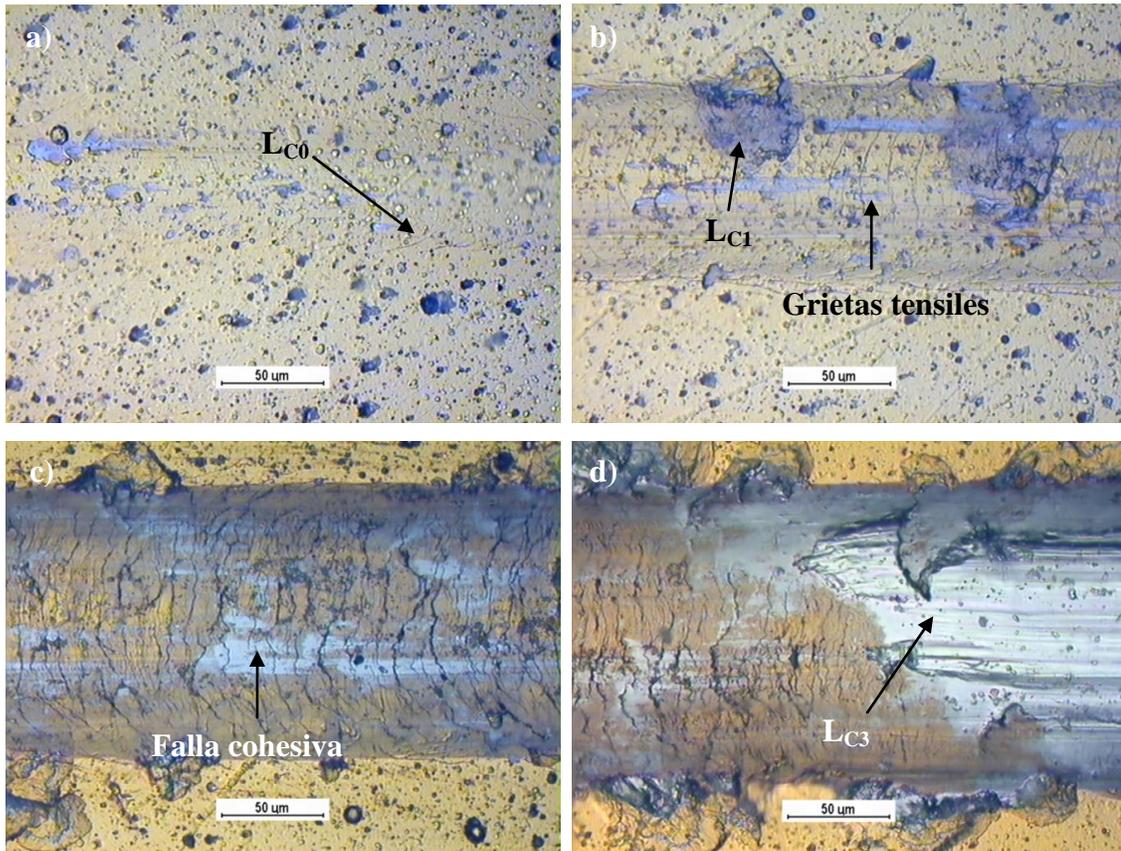


Figura 4.18 Micrografía de la huella de rayado en la muestra MT Co-Cr 3 (muestra con recubrimiento multicapas (TiN/CrN) x 3) a 500x de magnificación (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 9.4 N, b) inicio del desprendimiento del material ( $L_{C1}$ ) a 32.27 N, c) propagación de grietas y

desprendimiento de material a 60 N, d) pérdida de adhesión ( $L_{C3}$ ) y desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 68.3 N.

Los modos de falla a través de la huella de rayado en la muestra MT Co-Cr 4 (CrN no-dúplex) fueron básicamente los mismos presentes en la muestra MT Co-Cr 2 (CrN dúplex), con la diferencia que las fallas ocurrieron con cargas menores (ver figura 4.19). Las cargas críticas  $L_{C0}$ ,  $L_{C1}$ ,  $L_{C2}$  and  $L_{C3}$  para el recubrimiento CrN no-dúplex ocurrieron a los 5.5, 22.48, 57.4 y 60 N respectivamente.

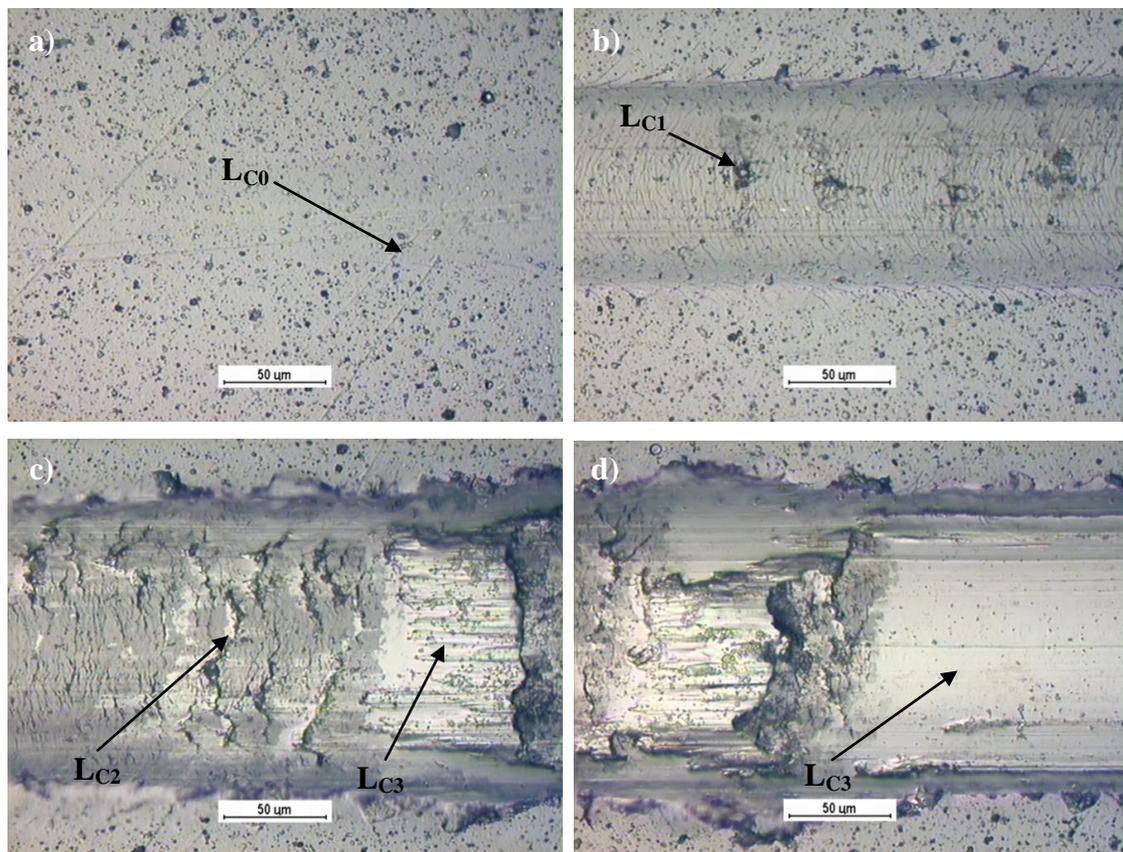


Figura 4.19 Micrografía de la huella de rayado en la muestra MT Co-Cr 4 (CrN no-dúplex) a 500x de magnificación (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 5.5 N, b) inicio del desprendimiento del material ( $L_{C1}$ ) a 22.48 N, c) y d) pérdida de adhesión ( $L_{C2}$ ) a 57.4 N y desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 60 N.

Los diferentes modos de falla ocurridos durante la prueba de rayado realizada en la muestra MT Co-Cr 5 (multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex) se presentan en la figura 4.20. La aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) ocurrió al registrarse una carga de 7.96 N, tal como se muestra en la figura 4.20a. La primera falla cohesiva se presentó sobre la huella de rayado cuando la carga incrementó a 12.90 N dejando la capa de CrN expuesta a la superficie, figura 4.20b. Conforme avanzó la prueba, la capa de TiN continuó desprendiéndose, dejando la capa de CrN expuesta, tal como se muestra en la figura 4.20c. Sin embargo al alcanzar una carga de 55 N se produjo la primera ruptura o pérdida de adhesión ( $L_{C2}$ ) dejando el sustrato expuesto a la superficie, tal como se muestra en la figura 4.20c. Finalmente el recubrimiento se desprendió en su totalidad al alcanzar una carga crítica de 58.5 N ( $L_{C3}$ ), tal como se muestra en la figura 4.20d. Cabe mencionar que no se observaron grietas tensiles sobre la capa de TiN en la huella de rayado producida sobre esta muestra, diferencia de la muestra MT Co-Cr 3 donde primero se produjeron las grietas tensiles sobre la capa de TiN y posteriormente se produjo la primera falla cohesiva (figura 4.18b)

En la figura 4.21 se presentan los principales modos de falla ocurridos sobre huella de rayado en la muestra MT Co-Cr 6 (muestra recubierta con DLC). La aparición de la primera grieta ocurre muy temprano en la prueba, a los 3.3 N ( $L_{C0}$ ), tal como se muestra en la figura 4.21a. Tanto la primera cohesiva ( $L_{C1}$ ) como la primera falla adhesiva ( $L_{C2}$ ) se presentan en la misma zona al registrarse una carga de 4.8 N, figura 4.21b. Al continuar incrementando la carga durante la prueba se produjo agrietamiento transversal a la dirección del rayado con fallas adhesivas en la orilla de la huella de rayado, dejando el sustrato expuesto a la superficie y fallas cohesivas o delaminación del recubrimiento a lo largo de las grietas, tal como se muestra en la figura 4.21c. El desprendimiento total del recubrimiento ( $L_{C3}$ ) ocurrió cuando la carga alcanzó los 18.8 N.

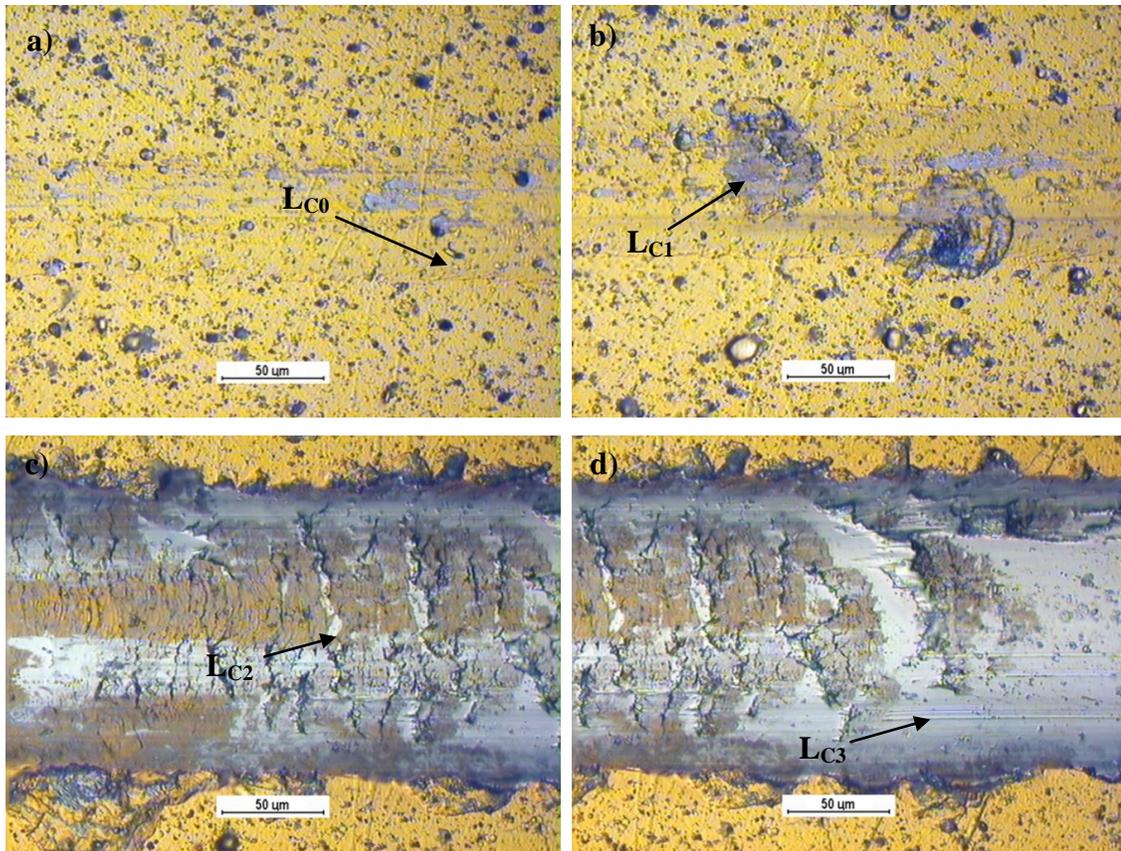


Figura 4.20 Micrografía de la huella de rayado en la muestra Co-Cr 5 (multicapas (TiN/CrN) x 3) a 500x de magnificación (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 7.96 N, b) inicio del desprendimiento del material ( $L_{C1}$ ) a 12.90 N, c) pérdida de adhesión ( $L_{C2}$ ) a 55.0 N y d) desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 58.5 N.

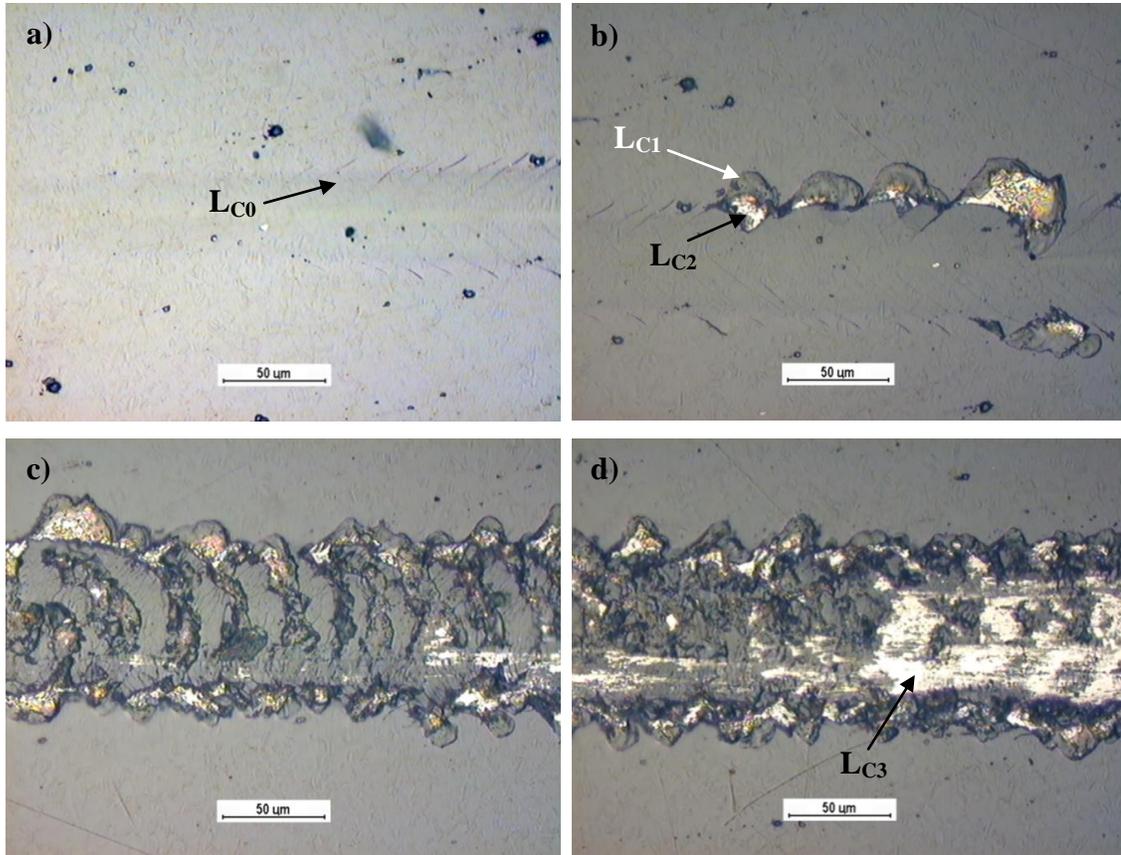


Figura 4.21 Micrografía de la huella de rayado en la muestra Co-Cr 6 (muestra con recubrimiento DLC) a 500x de magnificación (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 3.3 N, b) inicio del desprendimiento del material ( $L_{C1}$ ) y pérdida de adhesión ( $L_{C2}$ ) a 4.8 N y d) desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 18.8 N.

### 4.3 Caracterización de las muestras prototipo

#### 4.3.1 Rugosidad

En la tabla 4.4 se presenta el parámetro de rugosidad Ra para cada muestra prototipo (cabeza femoral) después de ser sometidas a los diferentes tratamientos superficiales.

Tabla 4.4 Parámetro de rugosidad Ra de las muestras prototipo (cabezas femorales).

<b>Condición</b>	<b>Muestra No.</b>	<b>Rugosidad Ra (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Desviación Estándar SD</b>
Co-Cr base	22	0.007	0.00252
Co-Cr base	11	0.004	0.00042
Co-Cr Nitruada	1	0.033	0.00129
Co-Cr Nitruada	3	0.010	0.00678
DLC	19	0.024	0.00309
DLC	20	0.018	0.00618
CrN no-dúplex	10	0.018	0.00214
CrN no-dúplex	9	0.021	0.00370
(TiN/CrN) x 3 no-dúplex	15	0.053	0.01941
(TiN/CrN) x 3 no-dúplex	14	0.052	0.01368
CrN dúplex	4	0.020	0.00190
CrN dúplex	5	0.028	0.00182
(TiN/CrN) x 3 dúplex	7	0.051	0.02346
(TiN/CrN) x 3 dúplex	8	0.047	0.01604

#### 4.3.1.1 Estudio topográfico por MFA

Para estudiar la morfología superficial de las muestras prototipo se utilizó la técnica de microscopía de fuerza atómica. La figura 4.22 muestra las imágenes de 50  $\mu\text{m}$  x 50  $\mu\text{m}$  para las muestras prototipo: (a) Co-Cr sin recubrir, (b) con recubrimiento DLC, (c) con recubrimiento CrN no-dúplex y (d) con recubrimiento multicapa (TiN/CrN) x 3 no-dúplex. Estas imágenes fueron tomadas con una sensibilidad-z alrededor de 95 nm, 190 nm, 150 nm y 660 nm respectivamente.

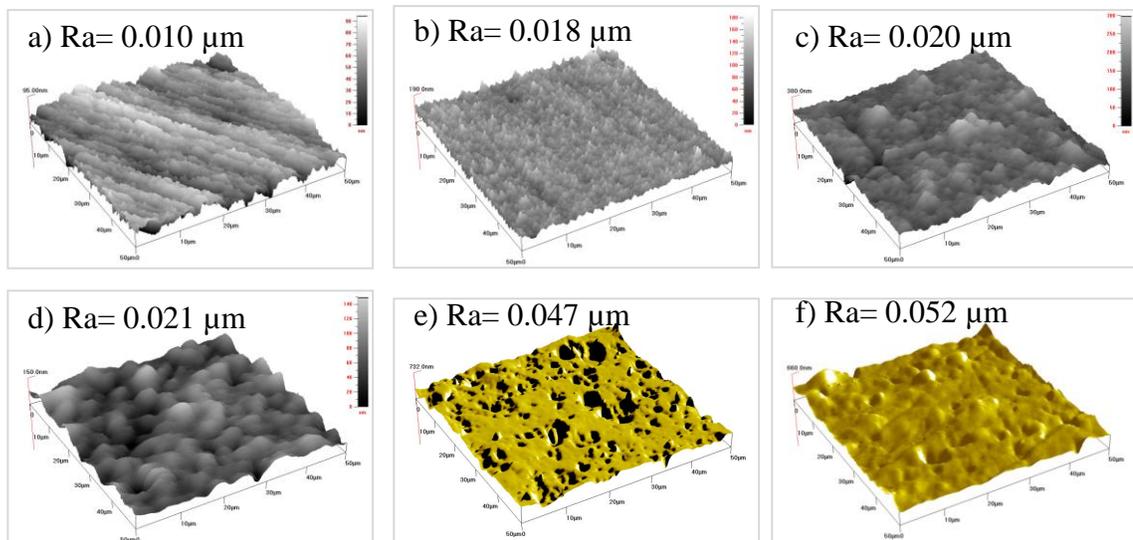


Figura 4.22 Imágenes de MFA de las muestras prototipo: a) Co-Cr sin recubrir, (b) con recubrimiento DLC; con recubrimiento CrN: c) dúplex y d) no-dúplex; con recubrimiento multicapa (TiN/CrN) x 3: e) dúplex y f) no-dúplex.

#### 4.3.2 Análisis morfológico por MEB

En la figura 4.23 se muestran las micrografías de la superficie de las muestras prototipo: a) Co-Cr nitrurada iónicamente; recubiertas con: b) DLC, c) CrN dúplex, d) multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex, e) CrN no-dúplex y, f) multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex. Las micrografías se realizaron en modo de electrones secundarios a 1000x.

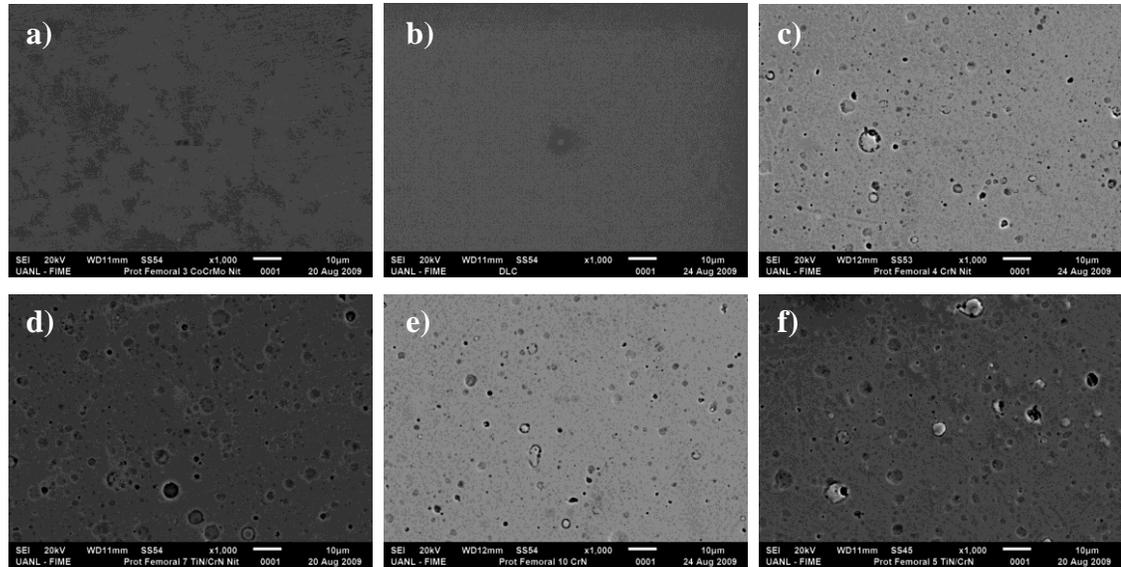


Figura 4.23 Micrografía superficial del las muestras prototipo: a) Co-Cr nitrurada iónicamente; Co-Cr recubierta con: b) DLC, c) CrN dúplex, d) multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex, e) CrN no-dúplex y, f) multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex.

#### 4.3.3 Esfericidad (error de forma) y huelgo

En la tabla 4.5 se presentan las dimensiones de los diámetros, el error de forma y la desviación estándar de las cabezas femorales y copas conformantes de las muestras prototipo. En la columna de la derecha se presenta el valor del huelgos diametrales de cada par tribológico, el cual se obtuvo de la diferencia de diámetros entre la cabeza femoral y la copa acetabular.

Tabla 4.5 Caracterización dimensional de los pares tribológicos formados con las muestras prototipo utilizadas en las pruebas tribológicas.

<b>Par tribológico</b>	<b>Esfera No.</b>	<b>Diámetro cabeza (<math>\varnothing_H</math>) (mm)</b>	<b>Error de forma (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Copa No.</b>	<b>Diámetro copa (<math>\varnothing_C</math>) (mm)</b>	<b>Error de forma <math>F_H</math> (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Huelgo (H) <math>H = \varnothing_C - \varnothing_H</math> (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
Metal-Metal	22	31.4960	0.0361	2	31.5460	0.0063	50.00
Metal-Metal	11	31.4652	0.0158	8	31.5541	0.0206	88.90
DLC-Metal	19	31.4641	0.0362	3	31.5603	0.0031	96.20
DLC-Metal	20	31.4966	0.0492	13	31.5492	0.0081	52.50
CrN-Metal	10	31.4856	0.0496	6	31.5506	0.0149	65.00
CrN-Metal	9	31.5113	0.0520	10	31.5726	0.0155	61.30
(TiN/CrN)-Metal	15	31.4991	0.0639	14	31.5325	0.0178	33.40
(TiN/CrN)-Metal	14	31.6045	0.0210	5	31.6440	0.0190	39.40
Co-Cr nit - Metal	1	31.4647	0.0210	7	31.5824	0.0055	120.65
Co-Cr nit - Metal	3	31.4749	0.0310	9	31.5460	0.0190	71.07
CrN Dx - Metal	4	31.4922	0.0405	12	31.5573	0.0224	65.07
CrN Dx - Metal	5	31.4340	0.0489	1	31.5144	0.0175	80.43
(TiN/CrN) Dx - Metal	7	31.5065	0.0358	15	31.5671	0.0206	60.60
(TiN/CrN) Dx - Metal	8	31.4841	0.0416	4	31.5348	0.0218	50.70

## 4.4 Resultados de pruebas tribológicas

### 4.4.1 Pruebas de desgaste y corrosión

#### 4.4.1.1 Pruebas de desgaste bajo condiciones lubricadas

Los resultados de fricción, desgaste y mecanismos de desgaste obtenidos de las pruebas realizadas en la máquina pin-on-disc bajo condiciones lubricadas se presentan a continuación.

##### 4.4.1.1.1 Fricción

En la figura 4.24 se presentan los valores de coeficiente de fricción (CDF) medidos durante la prueba de desgaste en la máquina pin-on-disc para cada una de las condiciones superficiales evaluadas utilizando esferas de aleación Co-Cr ASTM F75 como pin, una carga de 40 N y solución de Ringer como lubricante a una velocidad de 219 RPM.

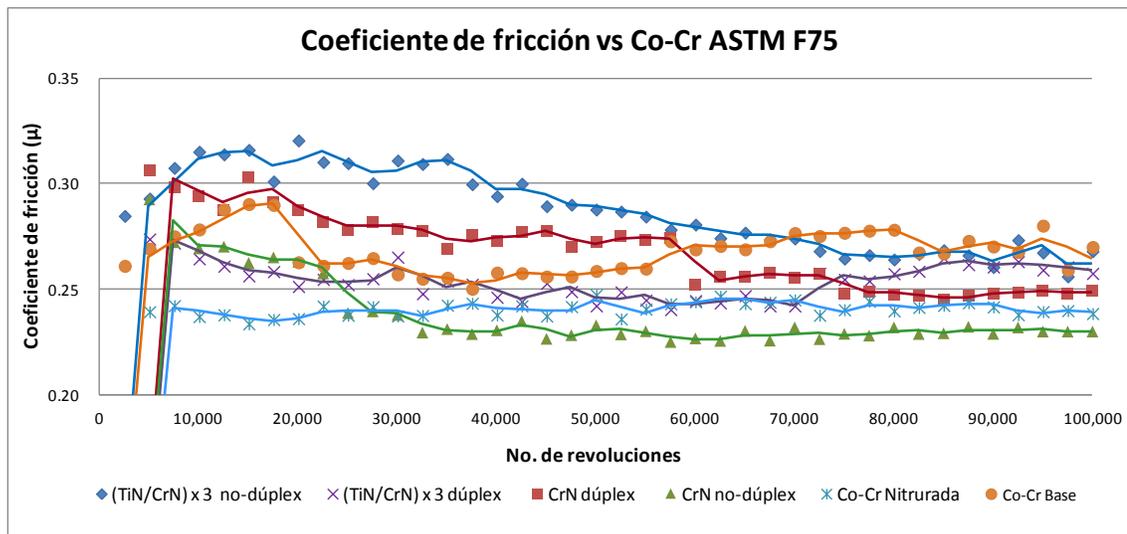


Figura 4.24 Coeficiente de fricción registrado durante las pruebas de desgaste en una máquina pin-on-disc utilizando esferas de aleación Co-Cr ASTM F75.

De acuerdo a los resultados mostrados en la figura 4.24, se puede afirmar que el coeficiente de fricción tiende a disminuir en todas las condiciones probadas conforme avanza la prueba de desgaste, con excepción del CDF de las muestras de Co-Cr nitruradas, en las cuales el CDF cual permaneció constante durante las pruebas con valores alrededor de 0.24. La condición (TiN/CrN) x 3 no-dúplex presentó el coeficiente de fricción más alto, comenzando las pruebas tribológicas con valores arriba de 0.30, tal como se muestra en la figura 4.25. Sin embargo, el CDF mostró una tendencia descendente la cual se acentuó al pasar los 40, 000 ciclos hasta terminar la prueba en un valor de 0.26. Las muestras recubiertas con CrN no-dúplex presentaron el CDF más bajo, el cual permaneció constante después de los 30,000 ciclos con valores de CDF alrededor de 0.23.

Los valores de coeficiente de fricción registrados durante la prueba de desgaste en la máquina pin-on-disc para cada una de las condiciones superficiales probadas utilizando esferas de alúmina como pin, se muestran en la figura 4.25.

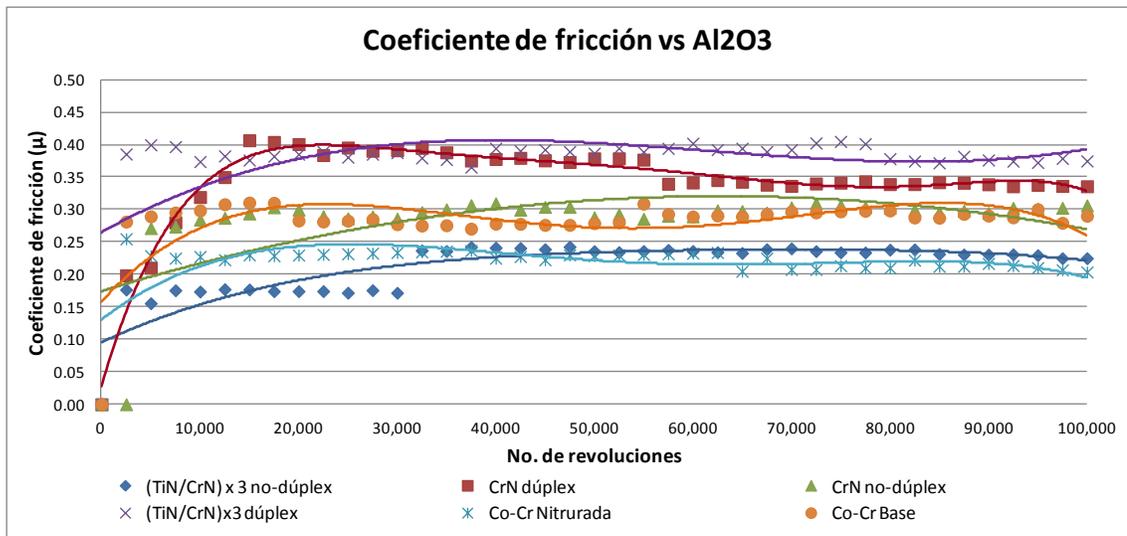


Figura 4.25 Coeficiente de fricción registrado durante las pruebas de desgaste en una máquina pin-on-disc utilizando esferas de alúmina.

En las pruebas tribológicas utilizando esferas de alúmina como pin, las muestras recubiertas utilizando la tecnología dúplex (recubrimiento PVD aplicado sobre muestras

nitruadas) presentaron los CDF más elevados con valores alrededor de 0.35 y 0.40 para las muestras recubiertas con CrN y con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 respectivamente. Las muestras Co-Cr nitruadas y las recubiertas con (TiN/CrN) x 3 no-dúplex presentaron valores de COF similares oscilado entre 0.20 y 0.25 durante las pruebas. Las muestras de aleación Co-Cr base (sin tratamiento) y las recubiertas con CrN no-dúplex presentaron un CDF similar durante las pruebas con valores alrededor de 0.30.

#### 4.4.1.1.2 Desgaste

Los resultados de las pruebas de tribológicas realizadas en la maquina pin-on-disc se muestran en las figuras 4.26 a 4.28 en términos de desgaste volumétrico. En la figura 4.26 se presenta el desgaste de los discos probados contra esferas tanto de alúmina como de aleación Co-Cr ASTM F75.

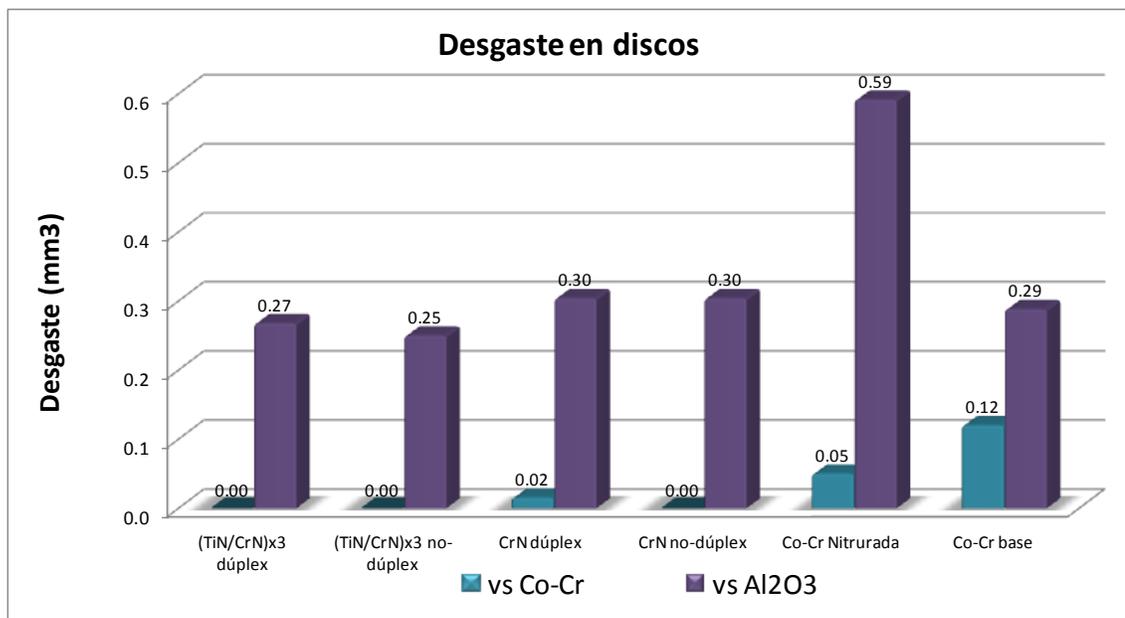


Figura 4.26 Desgaste volumétrico en discos.

Tal como se puede apreciar en la figura 4.26, el desgaste ocasionado por las esferas de aleación Co-Cr ASTM F75 en las muestras recubiertas tanto dúplex como no-dúplex fue

mínimo, casi despreciable. El desgaste volumétrico en los discos de aleación Co-Cr nitrados y sin nitrurar (Co-Cr base) fue de 0.05 y 0.12 mm<sup>3</sup> respectivamente.

Sin embargo, el desgaste en los discos durante las pruebas utilizando esferas de alúmina fue mayor. Los recubrimientos multicapa (TiN/CrN) x 3 dúplex y no-dúplex presentaron la mayor resistencia al desgaste con valores de desgaste volumétrico de 0.27 y 0.25 mm<sup>3</sup> respectivamente. Las muestras recubiertas con CrN tanto dúplex como no-dúplex mostraron el mismo valor de desgaste, 0.30 mm<sup>3</sup>. El desgaste de los discos de aleación Co-Cr fue de 0.29 mm<sup>3</sup> mientras que el mayor desgaste volumétrico fue presentado por las muestras de aleación Co-Cr nitruradas con 0.59 mm<sup>3</sup>.

Por otra parte, los valores de desgaste volumétrico registrados en las esferas tanto de aleación Co-Cr ASTM F75 como alúmina se muestran en la figura 4.27. Tal como se puede apreciar en dicha figura, las esferas de aleación Co-Cr ASTM F75 presentaron un desgaste mucho mayor que las esferas de alúmina. Las esferas de aleación Co-Cr utilizadas contra los discos recubiertos con el sistema multicapas (TiN/CrN)x3 tanto dúplex como no-dúplex presentaron el desgaste volumétrico más elevado con valores de 0.34 y 0.33 mm<sup>3</sup> respectivamente, seguidas por las esferas probadas contra las muestras recubiertas con CrN tanto dúplex como no-dúplex, presentando un valor de desgaste volumétrico de 0.03 mm<sup>3</sup>. Los valores de desgaste volumétrico de las esferas de Co-Cr probadas contra los discos de aleación Co-Cr tanto nitruradas como sin nitrurar (Co-Cr base) fueron 0.03 y 0.01 mm<sup>3</sup> respectivamente.

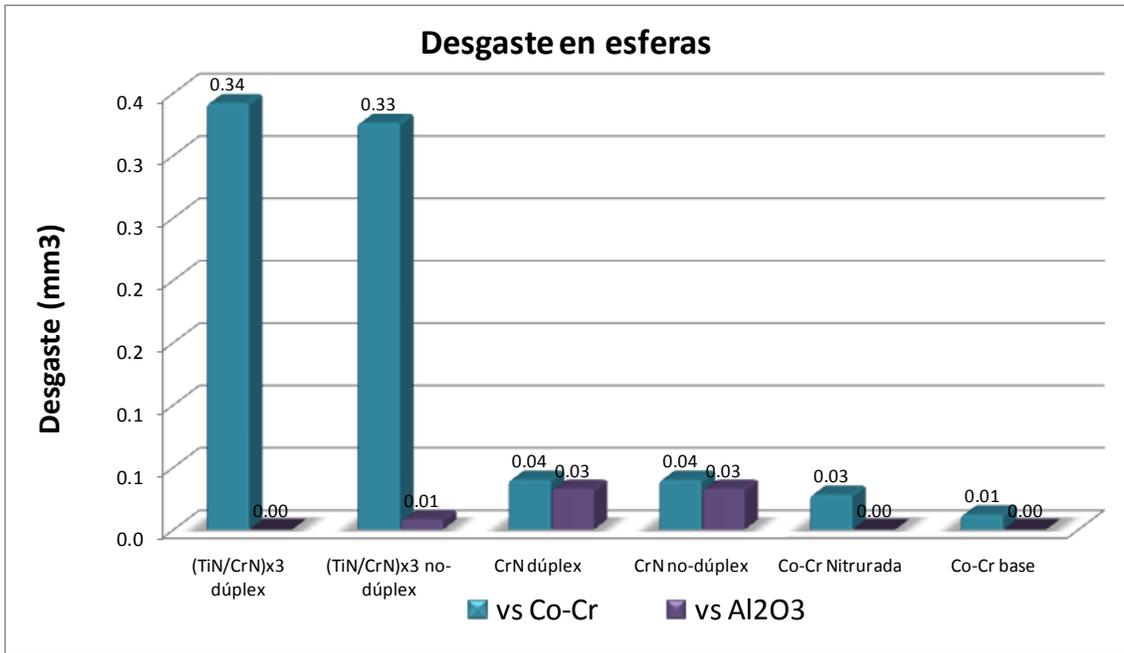


Figura 4.27 Desgaste volumétrico en esferas.

En la figura 4.28 se presenta el desgaste volumétrico total (desgaste en disco y esfera) de las diferentes condiciones superficiales probadas contra esferas de aleación Co-Cr ASTM F75 y de alúmina.

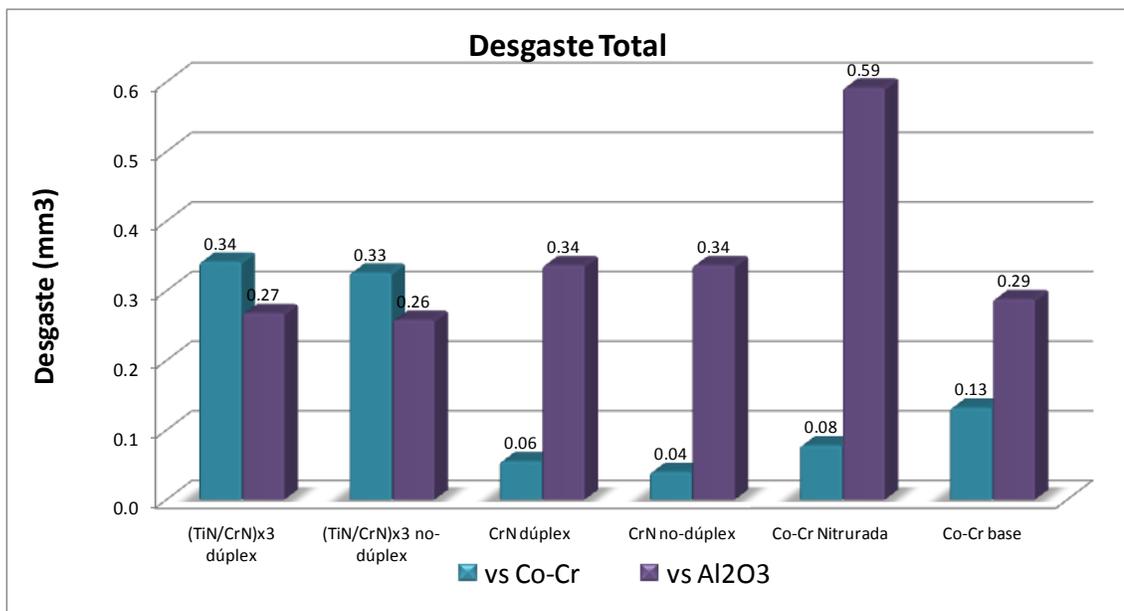


Figura 4.28 Desgaste volumétrico total (desgaste en discos y esferas).

#### 4.4.1.1.3 Microscopía electrónica de barrido

##### 4.4.1.1.3.1 Pruebas tribológicas utilizando esferas de aleación Co-Cr ASTM F75

En las figuras 4.29 a 4.34 se analizan las micrografías de las huellas de desgaste producidas por esferas de aleación Co-Cr ASTM F75 en las diferentes superficies evaluadas.

La huella de desgaste en la muestra Co-Cr base (sin tratar) se muestra en la figura 4.29. En el inciso a) de la misma figura se muestra la huella de desgaste magnificada a 50x, donde se observan surcos y desprendimiento de material. En la figura 4.30b se muestra una zona de la huella de desgaste magnificada a 400x donde se observa el desprendimiento de material de la superficie y da la impresión de haber deformación plástica.

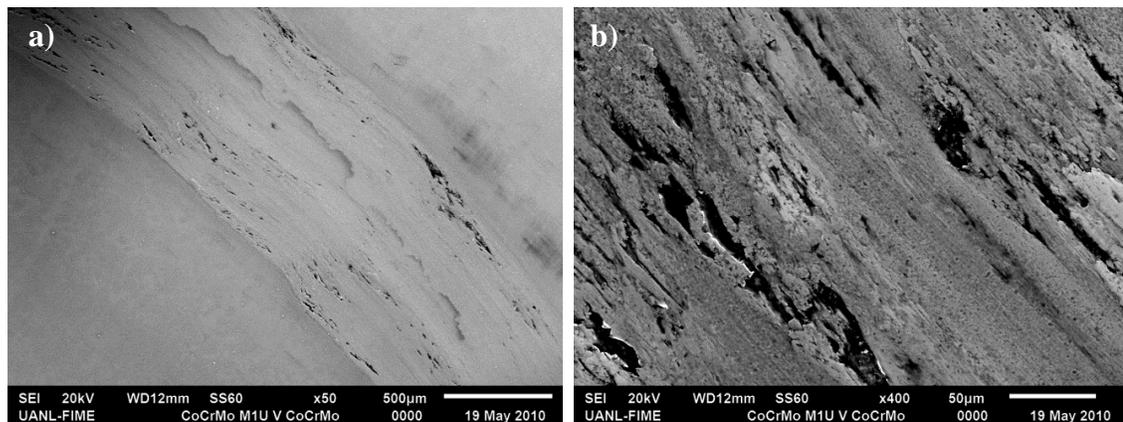


Figura 4.29 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr sin tratar magnificada: a) 50x y b) 400x.

En la figura 4.30 se muestra la huella de desgaste de la muestra Co-Cr nitrurada. En el inciso a) de la misma figura se muestra la huella de desgaste magnificada a 50x, donde se observa claramente el surco creado por la esfera en una tonalidad más oscura. En la figura 4.30b se observa la huella de desgaste magnificada a 200x.

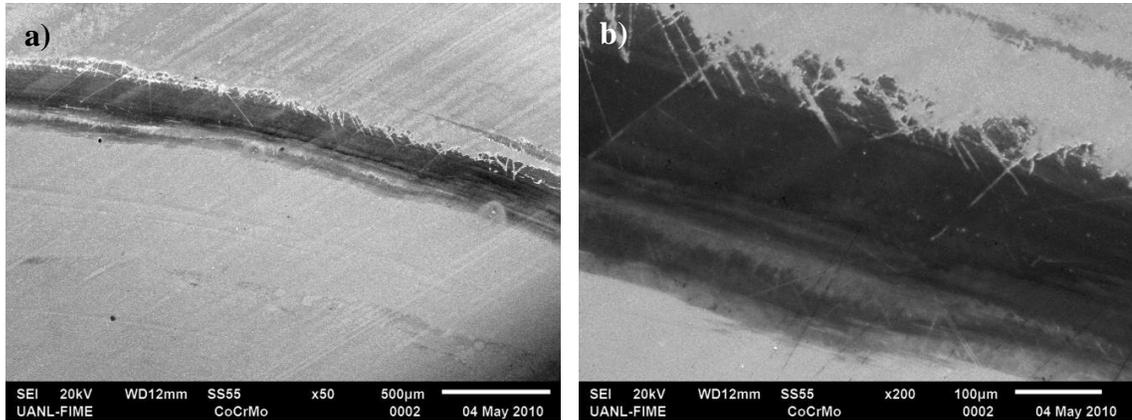


Figura 4.30 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr nitrurada magnificada a: a) 50x y b) 200x.

La huella de desgaste de la muestra Co-Cr recubierta con CrN no-dúplex se muestra en la figura 4.31. En la figura 4.31a se muestra parte de la zona de desgaste magnificada a 35x, donde se observa la huella de desgaste muy tenuemente. En el inciso b) de la misma figura se observa parte de la huella de desgaste magnificada a 100x, donde se observa desprendimiento de material de la capa de CrN.

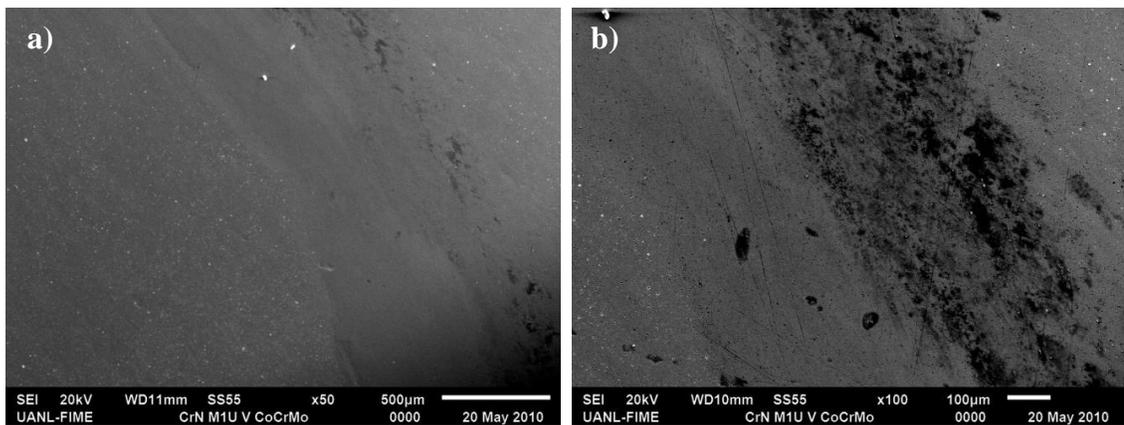


Figura 4.31 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con CrN no-dúplex magnificada a: a) 35x y b) 100x.

En la figura 4.32 se muestra la huella de desgaste de la muestra recubierta con CrN dúplex. En el inciso a) se observa la huella de desgaste en una tonalidad más oscura que el resto de la superficie. En esta misma figura se observa el desprendimiento de parte de

la capa del recubrimiento en la huella de desgaste. En la figura 4.32b se muestra la superficie porosa del recubrimiento de CrN en una tonalidad clara además de la zona de desprendimiento de material en la huella de desgaste magnificada a 200x. Dicha falla tiene forma se puede considerar como falla adhesiva, ya que dejó expuesta la superficie nitrurada del sustrato. El resquebrajamiento de la capa de CrN mostrado en el inciso b) tiene una morfología muy particular, similar a la del puma del logo de la misma marca comercial. En la figura 4.32c se muestra otra zona de la huella de desgaste de la misma muestra donde se observa desprendimiento de material del recubrimiento de CrN. En la figura 4.32d se muestra la misma zona magnificada a 700x, donde se observa que las fallas presentadas en el inciso c) se deben a la pérdida de cohesión de la capa del recubrimiento de CrN o delaminación de la misma.

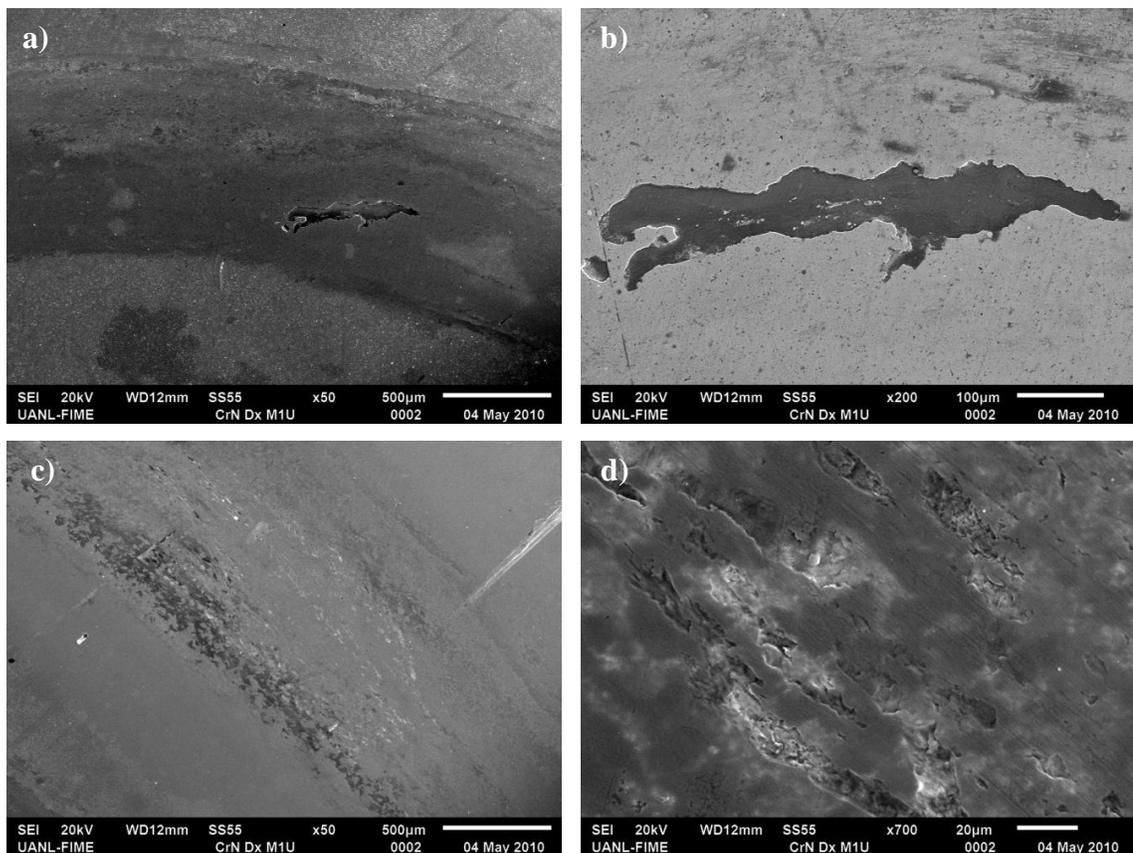


Figura 4.32 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con CrN dúplex magnificada a: a) 50x, b) 200x, c) 50x y d) 700x.

La huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex, se muestra en la figura 4.33. En el inciso a) de la misma figura se muestra la huella de desgaste magnificada a 50x, donde se observan surcos dentro de la huella. En la figura 4.33b se observa la huella de desgaste magnificada a 800x, donde se observa la pérdida de cohesión entre las capas de TiN y de CrN en el recubrimiento multicapas.

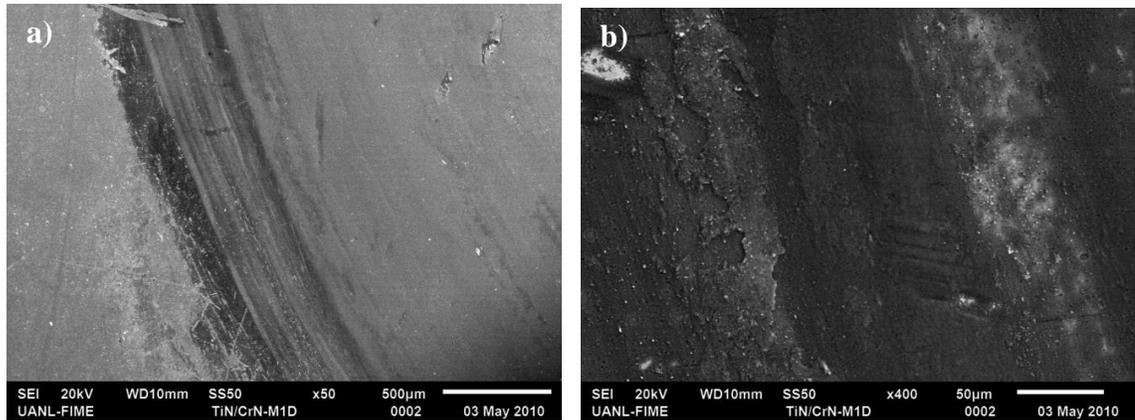


Figura 4.33 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex magnificada a: a) 50x y b) 400x.

La huella de desgaste de la muestra de Co-Cr recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex se muestra en la figura 4.34. En el inciso a) se muestra la huella de desgaste en una tonalidad más oscura que el resto de la superficie, magnificada a 50x. En el inciso b) se muestra la huella de desgaste magnificada a 200x, donde se observa la superficie porosa del recubrimiento multicapas y no se detecta daño alguno.

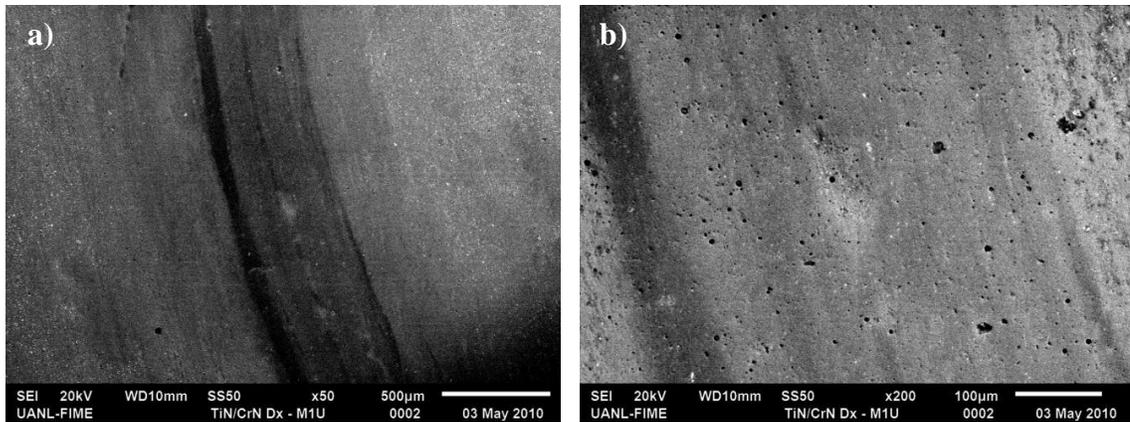


Figura 4.34 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex magnificada a: a) 50x y b) 200x.

#### 4.4.1.1.3.2 Pruebas tribológicas utilizando esferas de alúmina.

En las figuras 4.35 a 4.40 se analizan las huellas de desgaste producidas por las esferas de alúmina en las diferentes superficies evaluadas durante las pruebas tribológicas.

En la figura 4.35 se muestra la huella de desgaste de la muestra Co-Cr base (sin tratar). En el inciso a) de la figura 4.35 se aprecian los surcos ocasionados por desgaste abrasivo debido a la acción de la esfera de alúmina sobre la superficie de la muestra. En el inciso b) de la misma figura se muestra la misma zona de la huella de desgaste magnificada a 2500x donde se aprecia desprendimiento de material o carburos.

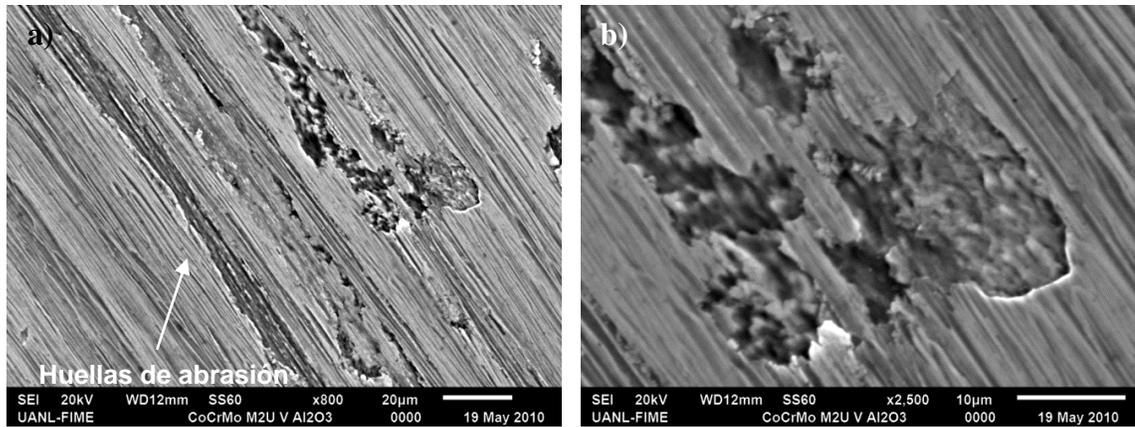


Figura 4.35 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr sin tratar magnificada a: a) 800x y b) 2500x.

La huella de desgaste de la muestra Co-Cr nitrurada se muestra en la figura 4.36. En el inciso a) de la figura 4.36 se observa la huella de desgaste de aproximadamente 250 $\mu$ m magnificada a 150x donde se observan los surcos ocasionados por desgaste abrasivo debido a la acción de la esfera de alúmina. Sin embargo en el inciso b) de la misma figura se muestra la misma zona de la huella de desgaste magnificada a 800x donde se observa el mecanismo de desgaste por delaminación entre los surcos ocasionados por desgaste combinado de abrasión y fatiga.

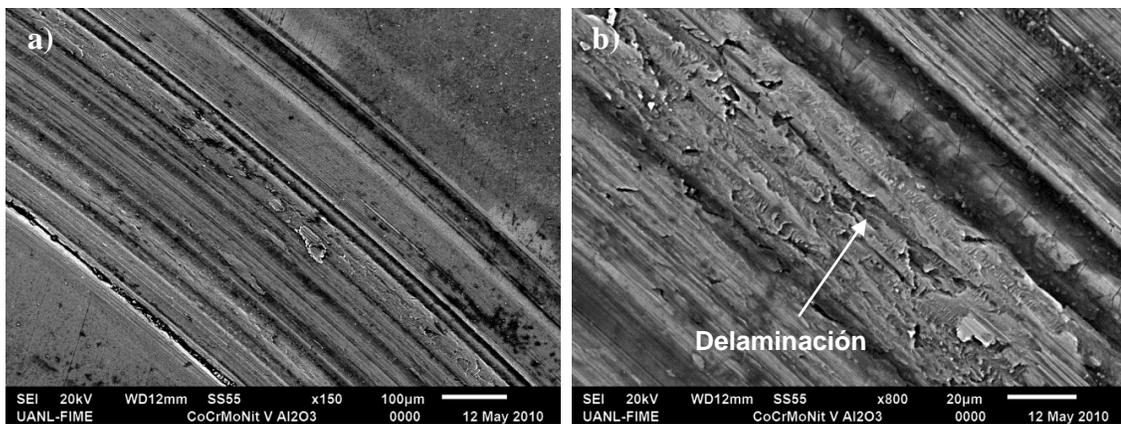


Figura 4.36 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr nitrurada magnificada a: a) 150x y b) 800x.

En la figura 4.37 se presenta la huella de desgaste en la muestra recubierta con CrN no-dúplex. En el inciso a) de la figura 4.37 se muestra la huella de desgaste a una magnificación de 150x, donde se puede observar desprendimiento del recubrimiento en ciertas zonas debido a la pérdida de adhesión entre la capa de CrN y el sustrato de aleación Co-Cr. En el inciso b) de la misma figura se muestra la misma zona de la huella de desgaste a magnificada a 400x, donde se observan huellas de desgaste abrasivo que corren sobre la capa de CrN y continúan sobre el área de sustrato expuesta a la superficie. En la figura 4.37c se muestra el espectro de la composición química del sustrato.

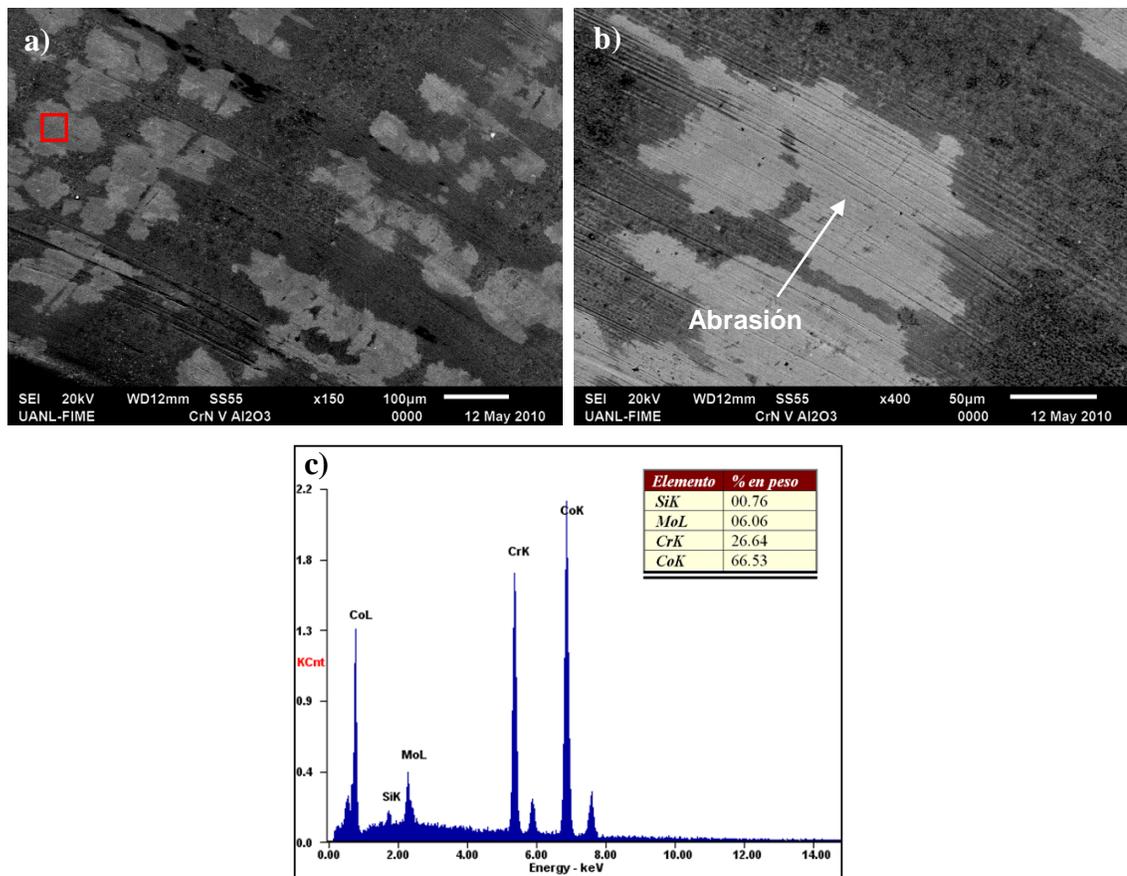


Figura 4.37 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con CrN magnificada a: a) 150x y b) 400x; c) espectro de la composición química del sustrato.

La huella de desgaste de la muestra recubierta con CrN dúplex se muestra en la figura 4.38. En el inciso a) de la figura 4.38 se muestra la huella de desgaste magnificada a 400x, donde se observa el desprendimiento total del recubrimiento de CrN dentro de la huella de desgaste, dejando expuesto el sustrato de aleación Co-Cr nitrurada, donde se observan pequeñas picaduras provocadas por corrosión, tal como se indica en la figura. En la misma figura se observa además delaminación del recubrimiento de CrN en la orilla de la huella de desgaste debido a fallas cohesivas. En el inciso b) de la figura 4.38 se muestra otra zona de la huella de desgaste magnificada a 800x, donde se observan pequeños puntos indicando corrosión por picaduras, surcos delgados indicando desgaste abrasivo, además del desprendimiento una gran parte del sustrato sugiriendo desprendimiento de carburos o delaminación de la capa compuesta formada sobre el sustrato durante del proceso de nitruración iónica.

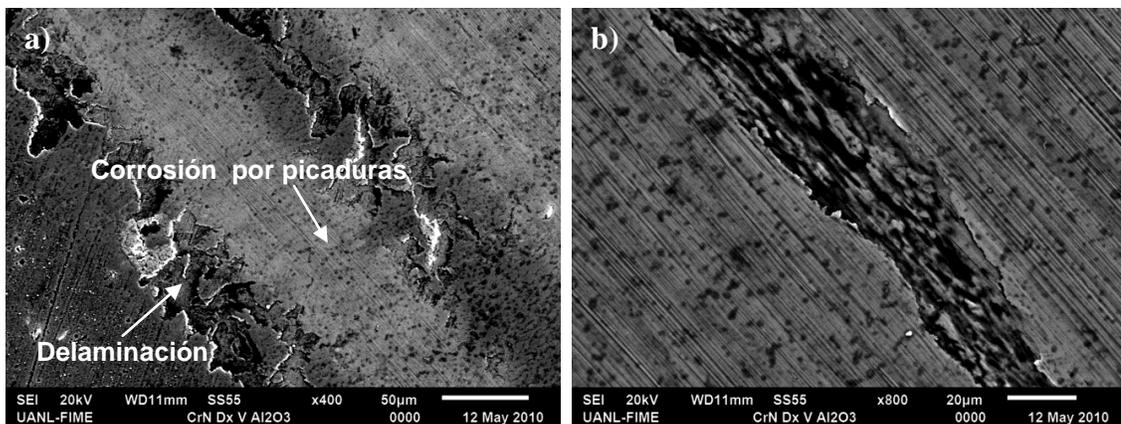


Figura 4.38 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con CrN dúplex magnificada a: a) 400x y b) 800x.

En la figura 4.39 se presenta la huella de desgaste de la muestra recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex. En el inciso a) de la misma figura se muestra la huella de desgaste magnificada a 85x, donde se observa el desprendimiento del sistema multicapas en gran parte de la huella. En el inciso b) de la figura 4.39 se muestra una zona de la huella de desgaste magnificada a 400x, donde se muestra desprendimiento de la capa de TiN debido a fallas cohesivas entre las capas de TiN y CrN, además de desprendimiento total del recubrimiento debido a la pérdida de adhesión entre el

recubrimiento multicapas y el sustrato de aleación Co-Cr, dejando este ultimo expuesto a la superficie.

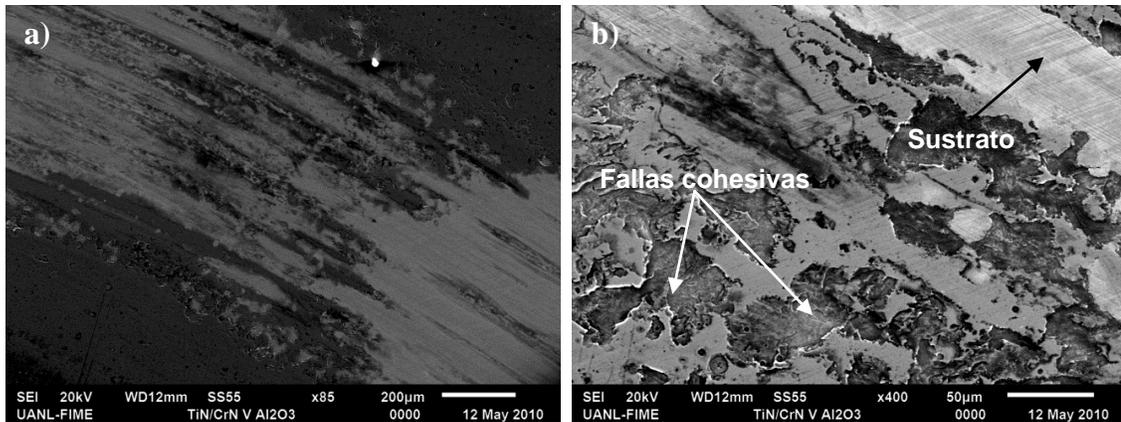


Figura 4.39 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex magnificada a: a) 85x y b) 400x.

La huella de desgaste producida en la muestra recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex se presenta en la figura 4.40. En el inciso a) de la misma figura se muestra la huella de desgaste magnificada a 50x, donde observa el desprendimiento de parte del recubrimiento. En el inciso b) de la misma figura se muestra la orilla de la huella de desgaste magnificada a 400x, donde se observan fallas cohesivas entre las capas de TiN y CrN además de pérdida de adhesión entre el sustrato y el recubrimiento, tal como se indica en la figura. Las fallas mostradas en esta imagen son muy similares a las presentadas en los resultados de la prueba de rayado.

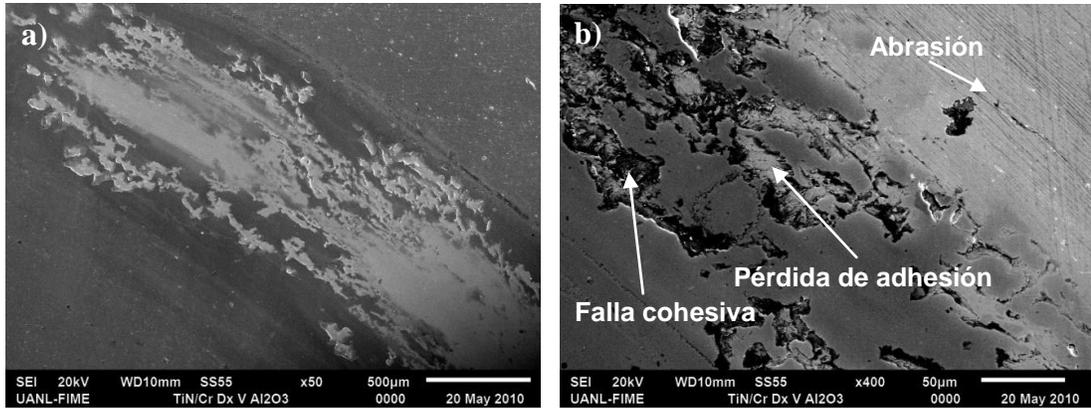


Figura 4.40 Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex magnificada a: a) 50x y b) 400x.

#### 4.4.1.2 Pruebas de corrosión

En la figura 4.41 se presentan las curvas de polarización de las diferentes condiciones superficiales analizadas. En la tabla 4.6 se muestran parámetros electroquímicos tales como: densidad de corriente, potencial de pasivación y tasa de corrosión determinados de las curvas de polarización.

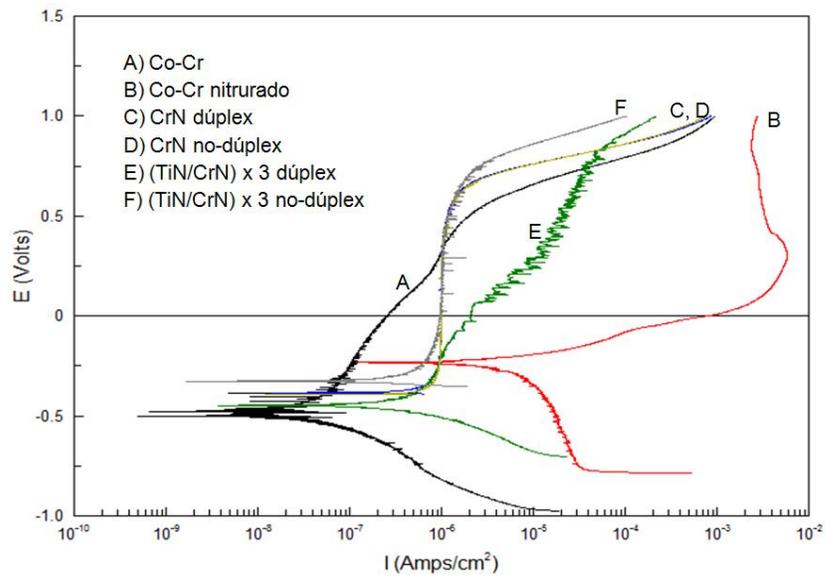


Figura 4.41 Curvas de polarización en solución de Ringer obtenidas a una velocidad de barrido de 0.5 mV/s.

Tabla 4.6 Datos obtenidos de las pruebas de polarización potenciodinámica en solución de Ringer.

<b>Muestra</b>	<b><math>i_{corr}(A/cm^2)</math></b>	<b><math>E_{corr}(V)</math></b>	<b>mmPY</b>	<b>Porosidad</b>
Co-Cr	1.58E-08	-0.4785	0.0001993	
Co-Cr nitrurada	4.99E-06	-0.23299	0.037971	150.09
CrN dúplex	2.11E-07	-0.38154	0.0016074	52.89
(TiN/CrN)×3 dúplex	3.18E-07	-0.44765	0.0024177	13.08
CrN no-dúplex	1.98E-07	-0.39193	0.0015091	9.39
(TiN/CrN)×3 no-dúplex	1.63E-07	-0.32582	0.0012358	30.04

De acuerdo con las curvas mostradas en la figura 4.41, los recubrimientos de CrN dúplex y no-dúplex presentaron un comportamiento potenciodinámico muy similar (líneas C y D). La muestra de aleación Co-Cr nitrurada presento la mayor densidad de corriente de corrosión con  $4.99 \times 10^{-6} A/cm^2$  (línea B), mientras que la muestra recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 no-duplex presentó la densidad de corriente más baja con  $1.63 \times 10^{-7} A/cm^2$  (línea F). Cabe señalar que la tasa de corrosión es normalmente proporcional a la densidad de corriente de corrosión.

#### 4.4.2 Pruebas de desgaste en el Simulador de cadera FIME II

##### 4.4.2.1 Zona de contacto

En las figuras 4.42 a 4.44 se puede observar la zona de contacto de las muestra prototipo MP (cabezas femorales) en el simulador de cadera FIME II, donde se puede observar la evolución de la huella desgaste durante la prueba tribológica hasta el primer millón de ciclos.

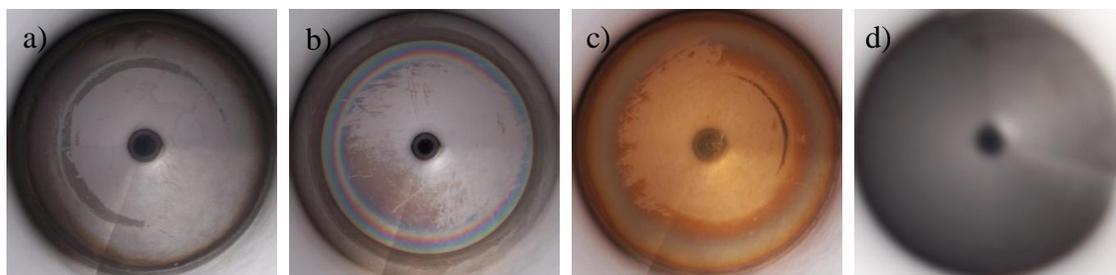


Figura 4.42 Vista superior de las cabezas femorales: a) Co-Cr sin recubrir; recubierta con: b) CrN, c) multicapas (TiN/CrN) x 3 y d) DLC; después de 333 mil ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II.

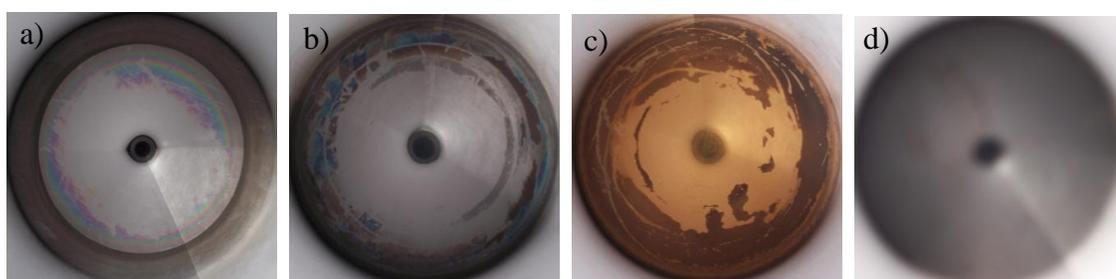


Figura 4.43 Vista superior de las cabezas femorales: a) Co-Cr sin recubrir; recubierta con: b) CrN, c) multicapas (TiN/CrN) x 3 y d) DLC; después de 667 mil ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II.

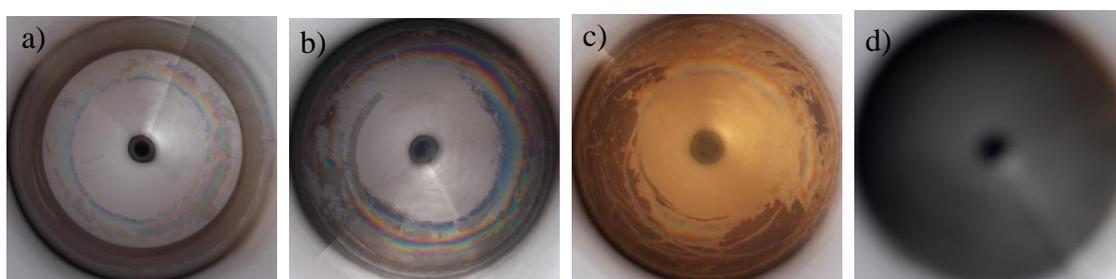


Figura 4.44 Vista superior de las cabezas femorales: a) Co-Cr sin recubrir; recubierta con: b) CrN, c) multicapas (TiN/CrN) x 3 y d) DLC; después de un millón de ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II.

#### 4.4.2.2 Torque de fricción

En la tabla 4.7 se presentan los valores de torque medidos para cada par tribológico cabeza femoral-copa acetabular seleccionados para ser evaluados en el simulador de cadera FIME II. Para realizar las mediciones de torque friccional se utilizó una de las estaciones de prueba del simulador de cadera tipo péndulo FIME I, antes de iniciar las pruebas tribológicas en el simulador de cadera FIME II

Tabla 4.7 Torques de fricción para el contacto de las muestras prototipo.

<b>Par tribológico</b>	<b>Esfera No.</b>	<b>Copa No.</b>	<b>Diámetro o cabeza</b>	<b>Diámetro copa</b>	<b>Huelgo</b>	<b>Fuerza de torque (kgf)</b>	<b>CDF</b>
Metal-Metal	22	2	31.4960	31.5460	50.00	2.89	0.332
DLC-Metal	19	3	31.4641	31.5603	96.20	1.14	0.131
CrN-Metal	10	6	31.4856	31.5506	65.00	2.55	0.294
(TiN/CrN)-Metal	15	14	31.4991	31.5325	33.40	2.56	0.295

De acuerdo a los resultados obtenidos de la prueba de fricción, el par tribológico DLC-Metal (cabeza femoral recubierta con DLC y copa acetabular de aleación Co-Cr ASTM F75) presentó el coeficiente de fricción más bajo de los cuatro pares evaluados con un valor de coeficiente de fricción de 0.131.

#### 4.4.2.3 Desgaste en el simulador de cadera FIME II

##### 4.4.2.3.1 Desgaste total

En la figura 4.45 se observa el desgaste volumétrico total de las muestras prototipo evaluadas a 2 millones de ciclos en el simulador de cadera FIME II. El desgaste

volumétrico total se obtuvo sumando la pérdida en peso de la cabeza femoral y de la copa acetabular de cada par tribológico.

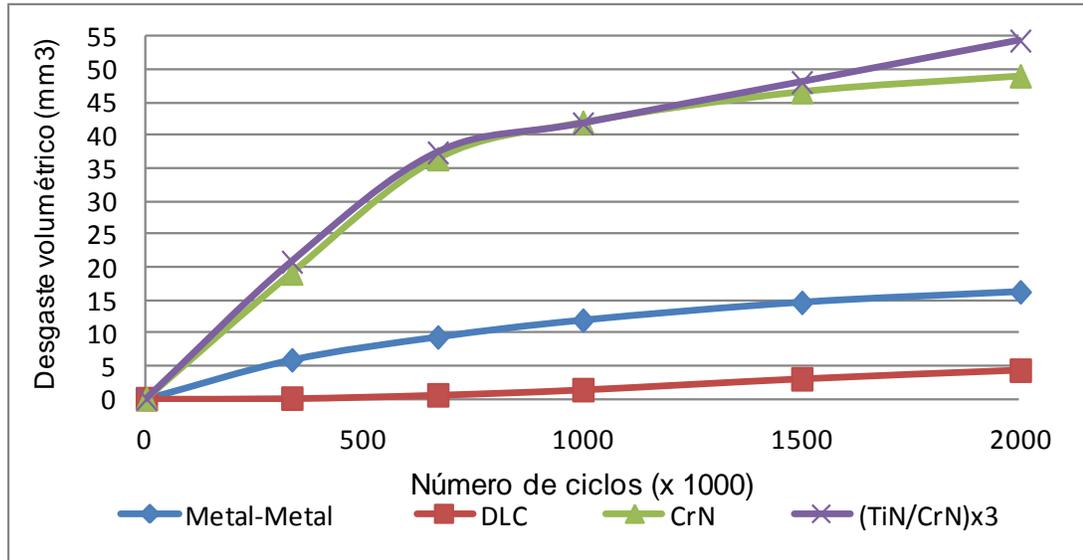


Figura 4.45 Desgaste volumétrico total pares tribológicos después de ser evaluadas a 2 millones de ciclos en el simulador de cadera FIME II.

De acuerdo a los resultados mostrados en la figura 4.45, los pares tribológicos CrN-Metal y (TiN/CrN) x 3 –Metal presentaron los valores de desgaste volumétrico más elevados al final de los 2 millones de ciclos de prueba, con 49 y 54 mm<sup>3</sup> respectivamente. El par DLC- Metal presentó el valor de desgaste más bajo al final de la prueba con 5 mm<sup>3</sup>. El par Metal-Metal presentó un desgaste volumétrico de 16mm<sup>3</sup>.

#### 4.4.2.3.2 Desgaste en cabezas y en las copas de las muestras prototipo.

Con el objetivo de analizar la aportación al desgaste total tanto de las cabezas femorales como de las copas acetabulares por separado, el desgaste volumétrico de los componentes mencionados anteriormente se presenta en las figuras 4.46 y 4.47.

El desgaste volumétrico de las cabezas femorales después de ser evaluadas a dos millones de ciclos en el simulador de cadera FIME II se presenta en la figura 4.46. De acuerdo a los resultados obtenidos, las cabezas femorales recubiertas con CrN y con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 mostraron un desgaste muy bajo por debajo de los 0.5 mm<sup>3</sup>, donde la transición del “running-in” a “steady state” no se pudo identificar en la

curva de desgaste. Por otra parte, las cabezas femorales recubiertas con DLC mostraron un desgaste muy similar al de las cabezas recubiertas con CrN y del sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 durante el estado inicial. Sin embargo, se pudo identificar la transición del “running-in” al estado de reposo en el comportamiento del desgaste cerca de los 600 mil ciclos con un incremento en la tasa de desgaste. El desgaste de las cabezas recubiertas con DLC al final de la prueba estuvo por encima de los 2 mm<sup>3</sup>. En el caso de las cabezas femorales sin recubrir se observó la típica tendencia de la curva de desgaste para los implantes de cadera metal-metal presentando un desgaste elevado muy elevado con un valor de 14 mm<sup>3</sup> al final de la prueba.

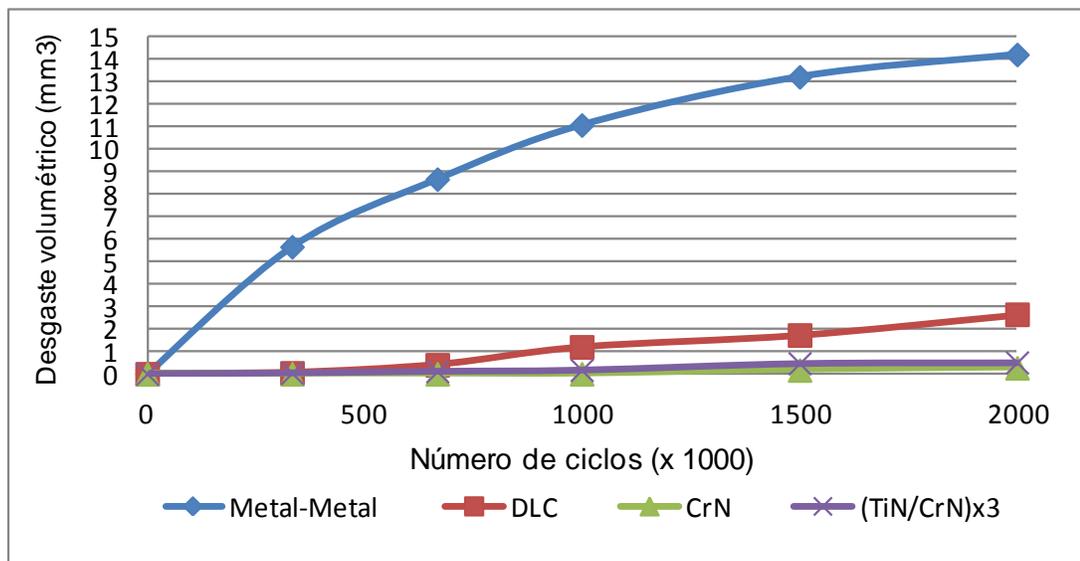


Figura 4.46 Desgaste volumétrico en cabezas femorales.

Por otra parte, en la figura 4.47 se muestra el desgaste volumétrico de las copas acetabulares durante las pruebas en el simulador de cadera FIME II. De acuerdo con los resultados, las copas acetabulares evaluadas contra las cabezas femorales recubiertas con CrN y contra el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3, presentaron un desgaste muy elevado, mostrando valores cerca de los 37 mm<sup>3</sup> a los 667 mil ciclos, siendo este punto la transición al estado de reposo para finalmente terminar la prueba con 48 mm<sup>3</sup> para la copa del par CrN-Metal y 54 mm<sup>3</sup> para la copa del par (TiN/CrN) x 3 – Metal. Las copas acetabulares de los pares Metal-Metal y DLC-Metal mostraron básicamente el mismo

comportamiento tribológico, teniendo un desgaste muy bajo, con un valor de  $2.5 \text{ mm}^3$  al final de la prueba, tal como se muestra en la figura 4.47.

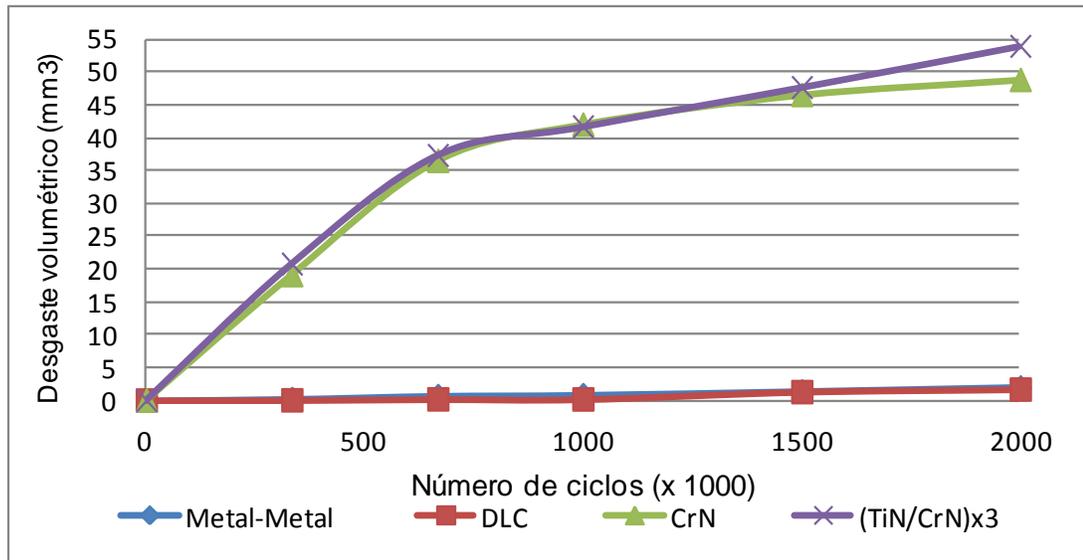


Figura 4.47 Desgaste volumétrico de copas acetabulares.

#### 4.4.2.3.3 MEB a $1 \times 10^6$ ciclos

El objetivo de realizar microscopía electrónica de barrido de forma intermedia (al final del primer millón de ciclos) en las muestras prototipo fue el de monitorear la evolución del desgaste incurrido en las muestras prototipo durante el desarrollo de las pruebas tribológicas en el simulador de cadera FIME II.

#### MEB en el par tribológico Metal-Metal

En la figura 4.48 se muestran micrografías de los componentes cabeza-esfera del par tribológico metal-metal después de un millón de ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II. En el inciso a) de la figura 4.48 se muestra una zona de la cabeza femoral magnificada a 200x donde se puede observar una película de proteínas adheridas a la superficie mostrando un patrón tipo mosaico debido a la deshidratación de estas. En la figura 4.48b se muestra el espectro de la composición química de esta película granular, la cual está compuesta principalmente por C, O, Si, Mo, Cl, Ca, Cr y Co. En el inciso c) de la misma figura se muestra la copa acetabular del mismo par

tribológico magnificada a 100x donde, al igual que en la cabeza femoral, se observan proteínas adheridas a la superficie de la muestra. En la figura 4.48d se muestra la zona de desgaste de la copa acetabular magnificada a 1000x, donde se puede observar desprendimiento de partículas o pequeños poros, los cuales se pueden atribuir a desgaste por fatiga y una posible acción combinada con corrosión por picaduras.

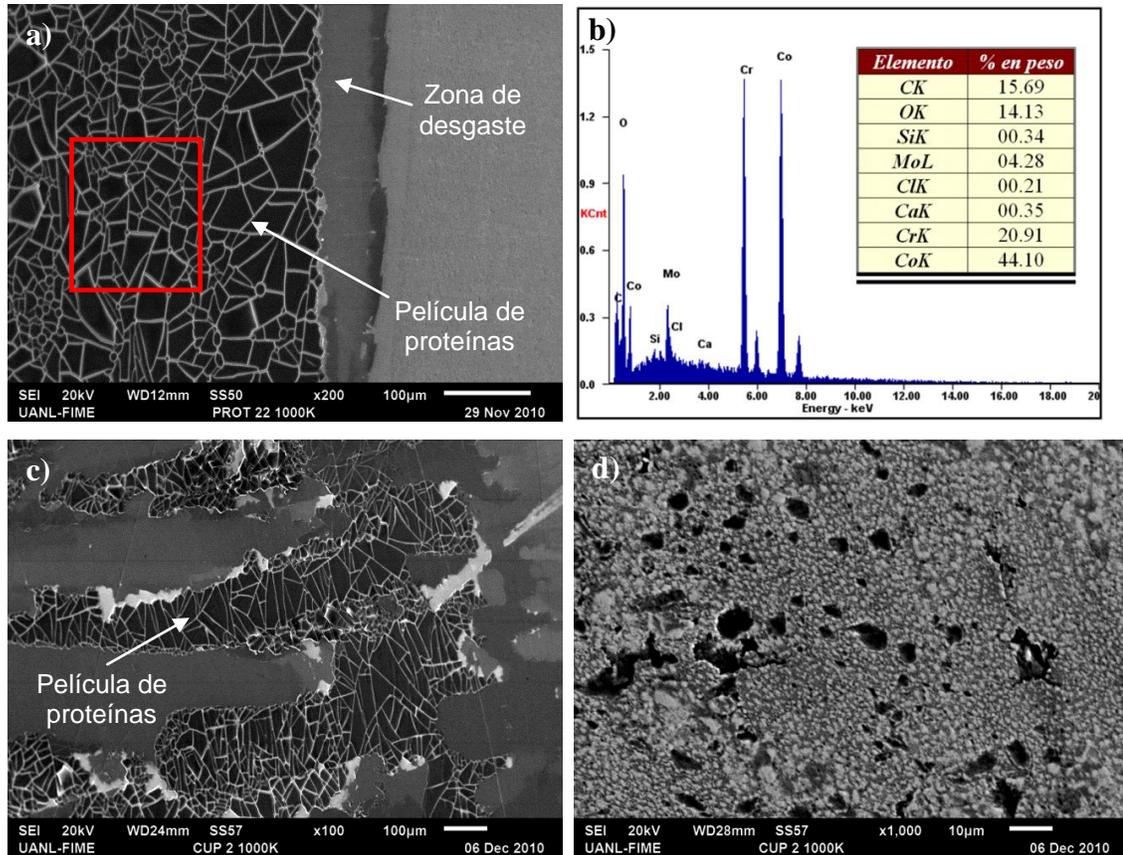


Figura 4.48 Micrografía del par tribológico Metal-Metal después de un millón de ciclos de prueba mostrando la cabeza femoral: a) magnificada a 200x, b) análisis cualitativo de la composición química de la película de proteínas adherida y; copa acetabular magnificada a: c) 100x y d) 1000x.

#### MEB en el par tribológico CrN-Metal

Las micrografías del par tribológico CrN-Metal, después de un millón de ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II, se muestran en la figura 4.49. En el inciso a)

de la misma figura se muestra la cabeza femoral magnificada a 50x, donde se observan diferentes películas de proteínas adheridas a la superficie. En la figura 4.49b se muestra una micrografía de la zona polar de la cabeza femoral magnificada a 500x, donde no se aprecia daño alguno del recubrimiento, sólo la superficie porosa de la capa de CrN. En esta micrografía, la superficie de la prótesis luce exactamente igual que en la micrografía de la figura 4.23e, la cual muestra la superficie de la misma muestra antes de realizar las pruebas tribológicas. Lo anterior es congruente con los resultados de desgaste mostrados en la figura 4.46, donde el desgaste volumétrico de la cabeza femoral recubierta con CrN está por debajo de los  $0.05 \text{ mm}^3$ . En las micrografías mostradas figuras 4.49c y 4.49d se muestra la zona de desgaste en la copa acetabular magnificada a 200x y 1000x, en las cuales se puede observar abrasión severa además de desprendimiento de carburos.

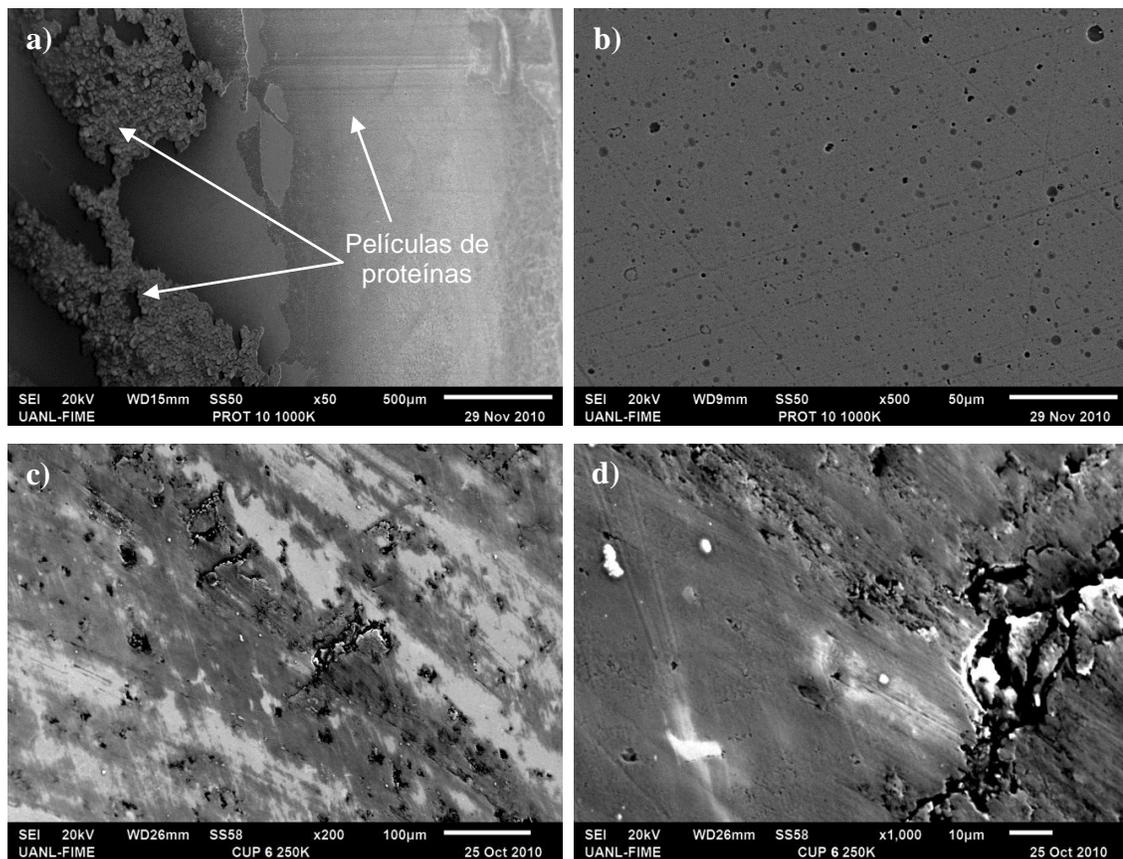


Figura 4.49 Micrografía del par tribológico CrN-metal después de un millón de ciclos de prueba mostrando la cabeza femoral magnificada a: a) 50x y b) 500x; y la copa acetabular magnificada a: c) 200x y d) 1000x.

## MEB en el par tribológico Multicapas-Metal

En la figura 4.50 se muestran las micrografías del par tribológico Multicapas-Metal después de un millón de ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II. En el inciso a) de la misma figura se muestra la cabeza femoral magnificada a 200x, donde se puede observar una película de proteínas con morfología fragmentada adherida a la superficie. En la figura 4.50b se muestra el espectro cualitativo de la composición química de la película de proteínas, la cual está formada principalmente por C, O, Si, P, Mo, S, Ca, Ti, Cr y Co. En la micrografía mostrada en la figura 4.50c se muestra la zona de desgaste de la copa acetabular magnificada a 200x, en donde se puede observar abrasión severa, desgaste desprendimiento de partículas y desprendimiento de carburos. En la figura 4.50d se muestra la misma zona de desgaste magnificada a 1000x donde se observa el desprendimiento de uno de los carburos de la superficie.

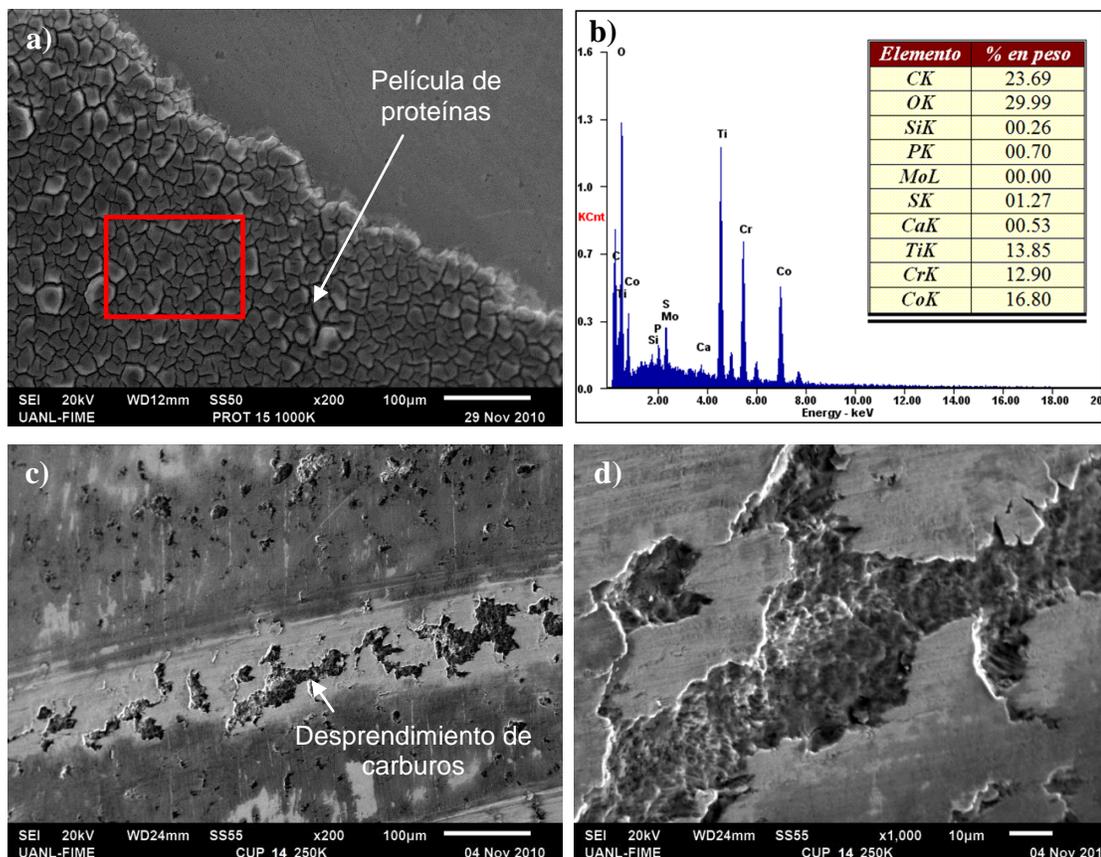


Figura 4.50 Micrografía del par tribológico multicapas-metal después de un millón de ciclos de prueba mostrando: a) la cabeza femoral magnificada a 200x, b) análisis

cualitativo de la película adherida; y la copa acetabular magnificada a: c) 200x y d) 1000x.

#### MEB en el par tribológico DLC-Metal

Las micrografías del par tribológico DLC-Metal después de un millón de ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II se muestran en la figura 4.51. En el inciso a) de la misma figura se muestra una falla en el recubrimiento de DLC en la cabeza femoral magnificado a 1000x. La falla mostrada es aparentemente cohesiva, donde no hay indicios de que la falla haya llegado hasta el sustrato de aleación Co-Cr. En la figura 4.51b, se muestra la zona de desgaste en la cabeza femoral magnificada a 1500x, donde se observan surcos en la superficie, sin embargo no todos los surcos parecen ser huellas de desgaste provocadas por las pruebas en el simulador de cadera, algunos de los surcos parecen ser huellas del proceso de pulido, previo al proceso de recubrimiento con DLC. En las figuras 4.51c y 4.51d se muestran micrografías de la zona de desgaste en la copa acetabular magnificadas a 200x y 1000x donde se observa adhesión del mismo material de la copa y abrasión mínima.

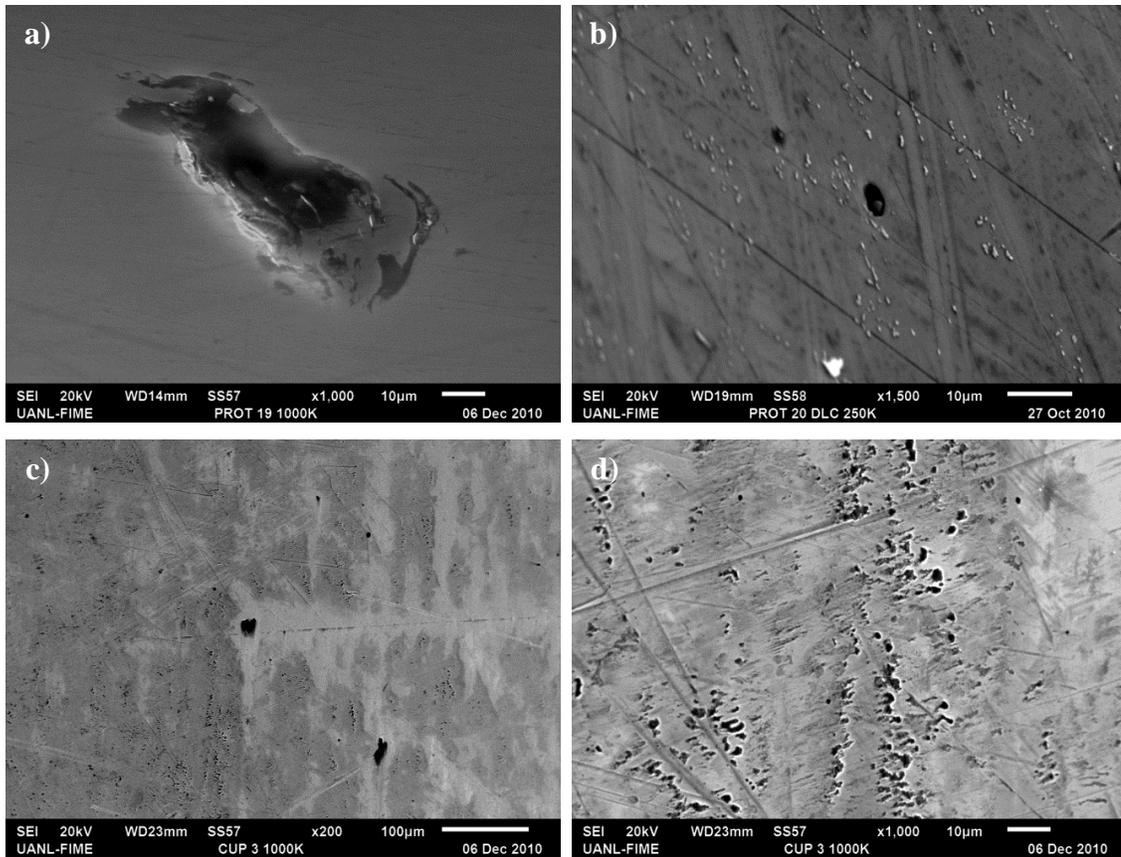


Figura 4.51 Micrografía del par tribológico DLC-Metal después de un millón de ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II mostrando la cabeza femoral magnificada a: a) 1000x y b) 1500x; y la copa acetabular magnificada a: c) 200x y d) 1000x.

# Capítulo 5

## DISCUSIÓN

### 5.1 Introducción

El objetivo principal del presente proyecto de investigación fue el de producir prótesis de cadera metal-metal con una resistencia al desgaste mayor que la de las prótesis metal-metal actuales. Para lograr lo anterior se incursionó en el área de los recubrimientos duros, extrapolando esta tecnología de ingeniería de superficies al área biomédica, específicamente al desarrollo de prótesis totales de cadera. Algunos investigadores han explorado la posibilidad de aplicar recubrimientos duros biocompatibles en prótesis de cadera con el objetivo de reducir el índice de desgaste, lo anterior debido a los altos niveles de iones Co y Cr encontrados en la sangre y en la orina de pacientes que cuentan con implantes de cadera metal-metal [4]. Fisher y sus colaboradores realizaron un estudio donde aplicaron con recubrimientos monocapa de TiN, CrN, CrCN y DLC en cabezas femorales, teniendo resultados contradictorios debido a la pobre adhesión de estos recubrimientos con la aleación Co-Cr [5,6]

En varios estudios se ha señalado que la falta de adhesión de los recubrimientos, se debe principalmente a la pobre capacidad de soporte de carga de los sustratos, en otras palabras, a la diferencia de propiedades mecánicas entre el sustrato y el recubrimiento, específicamente a su diferente relación H/E [84]. Debido a lo anterior, algunos autores han experimentado con tratamientos de iones, específicamente con implantación de iones de nitrógeno para mejorar las propiedades mecánicas en la superficie de los sustratos y elevar la capacidad de soporte de carga [16-19]. Para el caso de la aleación Co-Cr, en la literatura existen varios estudios sobre procesos de nitruración iónica para esta aleación donde se han reportado resultados alentadores [10-15].

Por la tanto, en el presente proyecto de investigación se exploró la posibilidad de nitrurar la aleación Co-Cr ASTM F1537 para mejorar la capacidad de soporte de carga y por ende la adhesión de recubrimientos duros a la superficie.

## **5.2 Selección de parámetros óptimos para el proceso de nitruración iónica de la aleación Co-Cr ASTM F1537**

Con el objetivo de seleccionar los parámetros óptimos para el proceso de nitruración iónica de la aleación Co-Cr en el dispositivo CDS-1, se realizaron cinco procesos utilizando cinco diferentes potenciales de nitruración (1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0) a una temperatura de a 520 °C durante 7 horas. El potencial de nitruración óptimo fue seleccionado al final de la caracterización de las muestras de acuerdo a parámetros tales como: el espesor de la capa compuesta, rugosidad, dureza y módulo elástico.

### **5.2.1 Microscopía electrónica de barrido**

En cada una de las cinco muestras de aleación Co-Cr ASTM F1537 nitruradas con los diferentes potenciales de nitruración, se observó la formación de una segunda fase en la superficie de las muestras, evidenciada por una banda continua uniforme con espesores en el rango de 1.5 a 2.3  $\mu\text{m}$ , tal como se mostró en la figura 4.2 del capítulo anterior. Estos resultados coinciden con los obtenidos por R. Wei y sus colaboradores [12, 13], quienes mediante su técnica de nitruración iónica por plasma de alta intensidad (HIPIN por sus siglas en inglés) trataron muestras de la misma aleación de Co-Cr utilizada en el presente proyecto a una temperatura de 400 °C durante 3 horas y observaron la formación de esta segunda fase con espesores en el rango de 3 – 4  $\mu\text{m}$  y la denominaron como “capa compuesta”. Por otra parte, Çelik y sus colaboradores [10] realizaron experimentos de nitruración iónica en muestras de aleación Co-Cr (ISO 5832-12, ASTM 1537 COND A) y observaron la formación de una estructura doble capa con un espesor total de 40  $\mu\text{m}$ . El proceso de nitruración iónica realizado por Çelik se realizó en una atmosfera de 75%  $\text{N}_2$  -25% Ar a una presión constante de  $5 \times 10^2$  Pa utilizando una temperatura de 600 °C durante 4 horas, a diferencia del proceso de nitruración iónica

realizada en el presente proyecto que se llevó a cabo en una atmósfera de  $N_2 - H_2$ . Por otra parte, Cockeram y sus colaboradores [54, 55] realizaron experimentos de nitruración iónica en aleaciones base cobalto Stellite 6, Haynes 25 y Stellite 3 a una temperatura de 556 °C por 48 horas. Ellos observaron la formación de una zona nitrurada compuesta con un espesor de 20  $\mu m$  aleación base cobalto Haynes 25 además de una zona de difusión de 5  $\mu m$ . Algunos investigadores han reportado que el espesor de la capa compuesta incrementa conforme el tiempo del tratamiento aumenta [10]. Sin embargo en el presente trabajo de investigación se trató de correlacionar el espesor de la capa compuesta con el potencial de nitruración, el cual depende de principalmente de la relación de la mezcla de gases, sin embargo no se encontró ninguna relación.

### 5.2.2 Rugosidad

La rugosidad de las muestras nitruradas se analizó mediante MFA antes y después de los procesos de nitruración iónica y fue observado que este tratamiento iónico incrementa la rugosidad superficial de las muestras, tal como se mostró en las imágenes de MFA en la figura 4.1 y en los valores de la tabla 4.1. Lo anterior se atribuye al bombardeo iónico realizado durante el proceso de AEGD y durante el proceso de nitruración iónica, en concordancia con Çelik y colaboradores [10] y Cockeram y colaboradores [54, 55], este último al nitrurar la aleación Hynes 25. En la figura 5.1 se puede observar una comparación de la superficie de las muestras de aleación Co-Cr antes y después del proceso de nitruración iónica.

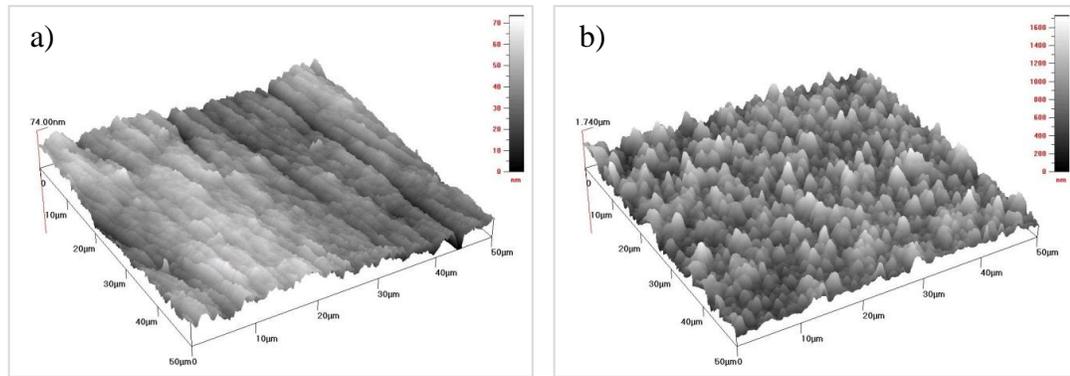


Figura 5.1 Microscopía de fuerza atómica de muestras de aleación Co-Cr: a) antes y b) después del proceso de nitruración iónica.

### 5.2.3 Análisis de propiedades mecánicas

Para obtener las propiedades mecánicas correctas durante las mediciones de nanoindentación, las muestras de aleación Co-Cr nitruradas se sometieron a un ligero proceso de pulido a fin de reducir la rugosidad superficial. Para eliminar la influencia del material del sustrato en las mediciones de nanoindentación, el rango de profundidad de penetración del indentador se limitó al 10% del espesor de la capa compuesta. De los resultados presentados en la tabla 4.1, se puede observar que la dureza de la capa compuesta es mayor que la del sustrato en todas muestras (Co-Cr base = 8.31 GPa, Co-Cr nitrurada = 11 -13 GPa), esto en concordancia con los resultados obtenidos por otros investigadores [10, 54, 55]. Çelik y sus colaboradores [10] reportaron que la dureza de la capa nitrurada depende del espesor de la misma, sin embargo, los resultados obtenidos en la experimentación del presente proyecto contradicen lo anterior.

### 5.2.4 Análisis de fases

En la figura 5.2 se muestran los patrones de difracción de rayos X de las muestras antes y después del tratamiento de nitruración iónica. La estructura de las muestras sin nitrurar está compuesta por las fases  $\alpha$  (FCC) (también conocida como la fase  $\gamma$ ) y la fase  $\epsilon$  (HCP). Con el tratamiento de nitruración iónica se presenta un cambio en la estructura  $\alpha$  debido a la incorporación de nitrógeno, específicamente en los planos primarios (111) y

(200). Estos picos fueron reconocidos como CrN, debido a la implantación de nitrógeno. Se observó que después del tratamiento de nitruración iónica, la fase  $\epsilon$  desaparece en todos los planos y la fase CrN se presenta cerca de los mismos ángulos. El cambio más notable se presentó en los picos (200) y (111), lo cual sugiere una orientación más favorable para la incorporación de nitrógeno, y por lo tanto una mayor concentración de este último, lo cual se refleja en una mayor intensidad en el espectro. Esta precipitación de nitruros de cromo en aleaciones base cobalto también ha sido observada por otros investigadores en procesos de nitruración iónica realizados a temperaturas mayores a los 500 °C [10, 12, 13]. Algunos investigadores han descrito estos picos como  $\Upsilon_N$  o  $\alpha_N$  y han reportado que son análogos con la implantación de nitrógeno en la estructura FCC austenítica ( $\Upsilon$ ) del acero inoxidable 304 a 400 °C [13-15]. Se ha reportado que en el caso del acero inoxidable 304, la fase  $\Upsilon_N$  es una fase metaestable y sólo se forma a temperaturas alrededor de 400 °C, a mayores temperaturas de implantación se forma CrN y a menores temperaturas se forma  $(Fe, Cr, Ni)_2 +_xN$  [13]. Por otra parte, se ha reportado que las fases distintivas en muestras de aleación Co-Cr sometidas a procesos de nitruración iónica son las fases CrN, Cr<sub>2</sub>N y  $\sigma$ , dependiendo de los parámetros de nitruración [10, 15, 16].

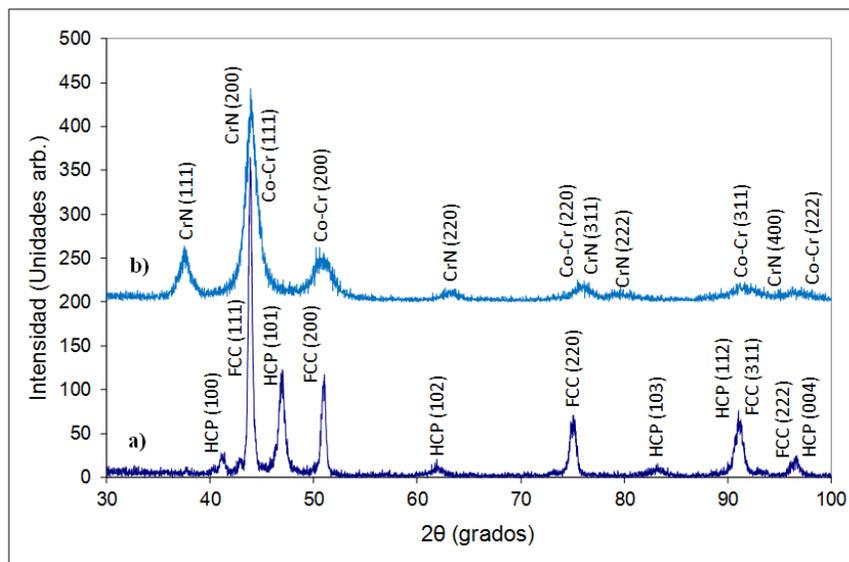


Figura 5.2 Patrones de difracción de rayos X obtenidos para las muestras de aleación Co-Cr: a) sin nitrurar y b) después del proceso de nitruración iónica.

### 5.2.5 Análisis elemental

El perfil de composición elemental en profundidad tanto cualitativa como semicuantitativamente de la capa compuesta encontrada en las muestras nitruradas se obtuvo por medio de un barrido lineal de la sección transversal de las muestras usando la técnica de espectroscopía dispersiva de energía de rayos X (EDS), tal como se describió en el capítulo 3. Las concentraciones de los principales elementos encontrados en la capa compuesta fueron 62% Cr, 14% Mo, 12% Co y 11% N (% en peso), tal como se mostró en el espectro de la composición química en la figura 4.4b. Como se mencionó anteriormente, en los análisis realizados por MEB se encontró que durante el proceso de nitruración iónica se forma una capa sobre la superficie de las muestras de aleación Co-Cr, la cual está formada por las fases  $\alpha$  (FCC) de la aleación Co-Cr y la fase FCC del CrN, denominada  $\alpha_N$  por algunos autores [12, 13]. Sin embargo, después de observar la composición elemental de la capa formada, nos damos cuenta que la fase que precipita durante el proceso de nitruración iónica en la aleación Co-Cr no sólo está compuesta por nitruros de cromo (CrN), sino también por nitruros compuestos de la forma (Co, Cr, Mo, Mn,)N. Estos resultados son análogos a los encontrados por Cockeram y colaboradores después de nitrurar la aleación Haynes 25 [54, 55], donde encontró nitruros compuestos de la forma (Co, Cr, W, Ni, Fe)N con estructura similar a la del CrN en la capa compuesta formada sobre las muestras después del proceso de nitruración iónica.

### 5.2.6 Selección del potencial de nitruración

De acuerdo a los resultados discutidos anteriormente, se estableció el potencial de 2.5 como el potencial óptimo para los procesos posteriores de nitruración iónica de la aleación Co-Cr en el dispositivo CDS-1. A pesar de que la muestra nitrurada con un potencial de 3.0 presentó la capa compuesta de mayor espesor (2.31  $\mu\text{m}$ ), la rugosidad de esta muestra fue también la más elevada ( $R_a=0.120 \mu\text{m}$ ), además de que sus propiedades mecánicas presentaron los valores más bajos en comparación con las otras muestras ( $H=9.98 \text{ GPa}$  y  $E=234 \text{ GPa}$ ). Sin embargo, en la muestra nitrurada con un potencial de 2.5 se formó una capa compuesta con un espesor similar al de las muestras

nitruradas con los potenciales 2.0 y 3.0 (2.01  $\mu\text{m}$ ), además de presentar el valor de rugosidad más bajo de las muestras mencionadas anteriormente ( $R_a = .040 \mu\text{m}$ ) y de presentar los valores de dureza y de modulo de elasticidad más altos ( $H=13.42 \text{ GPa}$  y  $E=257 \text{ GPa}$ ) de todas las muestras.

### 5.3 Caracterización de muestras testigo después de los tratamientos superficiales

#### 5.3.1 Rugosidad

Los resultados del promedio aritmético de la rugosidad superficial se presentaron en la tabla 4.2 del capítulo anterior. En dicha tabla se puede observar que el incremento en la rugosidad de las muestras nitruradas no repercute en la rugosidad final de los recubrimientos dúplex, ya que la rugosidad de los recubrimientos dúplex y no-dúplex es la misma tanto en los recubrimientos monocapa como en los multicapas ( $\text{CrN} = 0.100 \mu\text{m}$  y  $\text{TiN/CrN} = 0.165 \mu\text{m}$ ). La rugosidad de los recubrimientos multicapa ( $\text{TiN/CrN}$ ) x 3, tanto dúplex como no-dúplex, es mayor que la de los recubrimientos monocapa de CrN. El gran número de macropartículas de Ti acumuladas en el sustrato durante el depósito de Ti en los recubrimientos multicapas puede explicar esta diferencia. Estas macropartículas se pueden observar en las imágenes de MFA (figuras 4.10e y 4.10f). Münz y sus colaboradores reportaron que el cromo genera pequeñas macropartículas debido su punto de fusión ( $1870 \text{ }^\circ\text{C}$ ) comparado con el punto de fusión del titanio ( $1660 \text{ }^\circ\text{C}$ ) [82, 83]. Sin embargo, los valores de rugosidad  $R_a$  de los recubrimientos PVD ( $\text{CrN} = 0.100 \mu\text{m}$  y  $\text{TiN/CrN} = 0.165$ ) son muy elevados para ser utilizados en prótesis de cadera, por lo que las cabezas femorales recubiertas fueron sometidas a un ligero proceso de pulido. Durante este proceso de pulido las macropartículas, tanto de cromo en el recubrimiento CrN como de Ti en el recubrimiento multicapas TiN/CrN, fueron removidas dejando pequeñas cavidades y microporos en la superficie, tal como se muestra en las micrografías presentadas en la figura 4.23 en los incisos c), d), e) y f). En la figura 5.3 se muestra una comparación de la superficie del recubrimiento multicapas TiN/CrN antes y después del proceso de pulido.

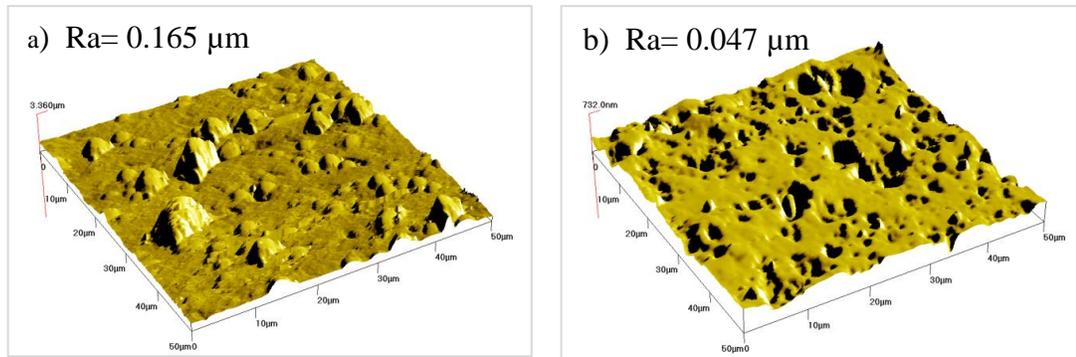


Figura 5.3 Microscopía de fuerza atómica de las muestras recubiertas con el sistema multicapas TiN/CrN: a) antes y b) después del proceso de pulido.

### 5.3.2 Propiedades mecánicas

De acuerdo a la literatura, algunos autores atribuyen el realce de las propiedades tribológicas de los recubrimientos nanoestructurados a la modificación de sus propiedades mecánicas tales como la dureza o la relación H/E [84, 85]. Para comprobar esta aseveración para ambas propiedades, tanto dureza como modulo elástico, fueron medidas mediante la técnica de nanoindentación. Los valores de la relación H/E se muestran en la tabla 5.1. El rango investigado de profundidad plástica se limitó al 10% del espesor del recubrimiento para reducir la influencia del sustrato. La dureza del recubrimiento multicapas fue de 26 GPa mientras que la del recubrimiento monocapa CrN fue de 19 GPa. El efecto de endurecimiento del recubrimiento multicapas puede ser atribuido a la resistencia que oponen las interfaces al deslizamiento de las dislocaciones entre las capas de TiN y CrN. Cada interface funciona como frontera de grano en relación al mecanismo Hall-Petch, por lo que las dislocaciones se concentran en las interfaces entre capas y ocurre un endurecimiento por tensión [86].

De acuerdo a los resultados presentados en la tabla 5.1, la relación H/E es aproximadamente la misma para todos los recubrimientos PVD (0.07).

Tabla 5.1 Propiedades mecánicas de las diferentes condiciones superficiales mostrando la relación H/E.

Muestra	Espesor	Rugosidad Ra ( $\mu\text{m}$ )	Dureza (GPa)	Modulo de Young E (GPa)	Relación H/E
Co-Cr base	---	0.010	8.31	267	0.03
Co-Cr nitrurada	3.50	0.020	12.62	231	0.05
CrN dúplex	3.25 CrN 3.50 Capa Compuesta	0.100	19.64	286	0.07
CrN	3.25	0.100	19.40	283	0.07
(TiN/CrN)x3 dúplex	3.75 (TiN/CrN)x3 3.5 Capa Compuesta	0.165	26.23	400	0.07
(TiN/CrN)x3	3.75	0.165	26.62	384	0.07
DLC	2.00	0.010	14.01	142	0.10

### 5.3.3 Adhesión

Durante la prueba de rayado, se presentaron los eventos típicos de falla tal como se describieron en la tabla 3.9. Los valores de las cargas críticas correspondientes a los diferentes modos de falla se presentaron en la tabla 4.3 del capítulo anterior. De acuerdo a los resultados, los recubrimientos dúplex exhibieron una mejor adhesión al sustrato de aleación Co-Cr mostrando cargas críticas más altas que los recubrimientos no-dúplex. En los recubrimientos dúplex CrN y multicapas (TiN/CrN) x 3, el desprendimiento por completo del recubrimiento ( $L_{C3}$ ) ocurrió a los 72 y 68 N respectivamente, mientras que para sus contrapartes no-dúplex CrN y multicapas (TiN/CrN) x 3, el desprendimiento ocurrió a los 60 y 58 N respectivamente (ver tabla 4.3).

Los resultados de la presente investigación muestran que el proceso de nitruración iónica aplicado a la aleación Co-Cr previo al proceso de recubrimiento por PVD mejora significativamente la adhesión de los recubrimientos al sustrato. La dureza de la capa compuesta provee una mejor capacidad de soporte de carga al sustrato, haciéndolo más difícil de deformar bajo la aplicación de carga. Otro factor que contribuye al mejoramiento de la adhesión es el decremento gradual de la dureza desde el recubrimiento PVD pasando por la capa compuesta hasta llegar al sustrato, lo cual forma una configuración de gradiente de dureza. Además los precipitados de CrN (que no son precipitados de CrN sino (Co,Cr,Mo)N, como se mencionó anteriormente) en la interface entre la capa nitrurada y el recubrimiento contribuyen también a la fuerte adhesión, debido a que tienen la misma estructura cristalina FCC, lo anterior en concordancia con Y.He y sus colaboradores [74].

## **5.4 Pruebas tribológicas**

### **5.4.1 Pruebas de desgaste y corrosión**

#### **5.4.1.1 Pruebas de desgaste bajo condiciones lubricadas (Pruebas Pin-on-disc)**

Se realizaron pruebas de desgaste un dispositivo pin-on-disc utilizando esferas de aleación Co-Cr ASTM F75 con la finalidad de emular las copas de los pares tribológicos utilizados en las pruebas en el simulador de cadera (al menos en material) y solución de Ringer como lubricante para someter las muestras a un ambiente corrosivo. Sin embargo, en la pruebas tribológicas utilizando esferas de aleación Co-Cr como pin, el desgaste en la superficie de los discos fue mínimo (Figura 4.26). Por tal motivo se decidió realizar otra corrida de pruebas utilizando esferas de alúmina como pin, donde los recubrimientos con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 tanto dúplex como no-dúplex mostraron la mayor resistencia al desgaste, tal como se mostró en la figura 4.26. Estos resultados son congruentes con los resultados obtenidos de la prueba de nanoindentación, donde los recubrimientos multicapas mostraron la dureza más elevada de todas las condiciones superficiales obtenidas (Tabla 4.2). Los recubrimientos

multicapas (TiN/CrN)<sub>x3</sub> no-dúplex mostraron una ligera mejora en la resistencia al desgaste comparados contra los mismos recubrimientos pero en sistema dúplex, tal como se puede observar en la figura 4.26. Por otra parte, la muestra de aleación Co-Cr nitrurada presentó el mayor índice de desgaste de todas las condiciones analizadas. En esta muestra se encontraron huellas de abrasión más severas que las encontradas en la muestra de aleación Co-Cr sin tratar además de delaminación (Figura 4.36). Resultados similares fueron encontrados en pruebas de desgaste utilizando fluido corporal simulado como lubricante, donde muestras de aleación Co-Cr nitruradas a temperaturas por encima de 400 °C presentaron un mayor índice de desgaste comparadas contra muestras de Co-Cr sin nitrurar, además de encontrar una alta concentración de iones de cobalto en el lubricante [15].

#### 5.4.1.1.1 Mecanismos de falla

Durante las pruebas de desgaste, los dos recubrimientos PVD, tanto el recubrimiento monocapa CrN como el recubrimiento multicapas (TiN/CrN)<sub>x3</sub>, presentaron diferentes mecanismos de falla. El recubrimiento de CrN se degradó principalmente por agrietamiento adhesivo (propagación de grietas cerca de la interface sustrato-recubrimiento) conduciendo al desprendimiento del recubrimiento dejando expuesto al sustrato, mientras el recubrimiento multicapas estuvo sujeto a fallas cohesivas localizadas en las interfaces de las capas de TiN y CrN, tal como se pudo observar en las figuras 4.37 y 4.39 del capítulo anterior. Esta diferencia puede ser explicada por la distribución de esfuerzos en el espesor del recubrimiento. En efecto, los recubrimientos PVD se caracterizan por desarrollar altos esfuerzos de compresión, los cuales pueden alcanzar varios GPa [84, 85].

Estos esfuerzos, cuya generación ha sido descrita por Knoetek y sus colaboradores [87] y Goldfarb y sus colaboradores [88], son máximos cerca a la interface recubrimiento-sustrato y se relajan progresivamente [89, 90]. Debido a que la capa de TiN tiene un espesor mayor que la capa de CrN en el recubrimiento multicapa, tal como se mostró en las figuras 4.6 y 4.8 del capítulo anterior, se puede suponer que las capas de TiN están

sometidas a esfuerzos de compresión mientras que las capas de CrN están sujetas a esfuerzos de tensión. Sin embargo, la distribución de esfuerzos del recubrimiento multicapas se extiende en el espesor completo del recubrimiento y no sólo en la interface entre el sustrato y el recubrimiento, como sucede en los recubrimientos monocapa [84, 85]. Esta teoría puede explicar los diferentes mecanismos de falla observados entre los recubrimientos mono y multicapas después de las pruebas de desgaste en la máquina pin-on-disc.

Los esfuerzos compresivos desarrollados en los recubrimientos monocapa, los cuales son mínimos cerca a la interface sustrato-recubrimiento ( $\sigma_m$ ) (figura 5.4a), inducen no sólo una tensión longitudinal ( $\epsilon_l$ ) del recubrimiento en la dirección de los esfuerzos de compresión, sino también una tensión transversal ( $\epsilon_t$ ), perpendicular a la interface. Consecuentemente, un campo de esfuerzos tensiles será generado en esta segunda orientación ( $\sigma'$ ) y una grieta se puede propagar perpendicularmente a  $\sigma'$ . Ahora considerando el agrietamiento iniciado en la superficie del recubrimiento CrN durante las prueba de desgaste pin-on-disc, se propone el modelo de propagación de grietas mostrado en las figuras 5.4b a 5.4d. Debido a que el esfuerzo de compresión menor se encuentra en la superficie del recubrimiento, la grieta se propaga hasta alcanzar una región donde los esfuerzos son los suficientemente altos para detenerla. Entonces la grieta se propaga hacia la dirección de la interface debido al campo de esfuerzos  $\sigma'$  generado por la deformación del recubrimiento. Cuando una grieta se encuentra con otra, la degradación ocurre con el desprendimiento de grandes partículas de desgaste (figuras 5.4c y 5.4d).

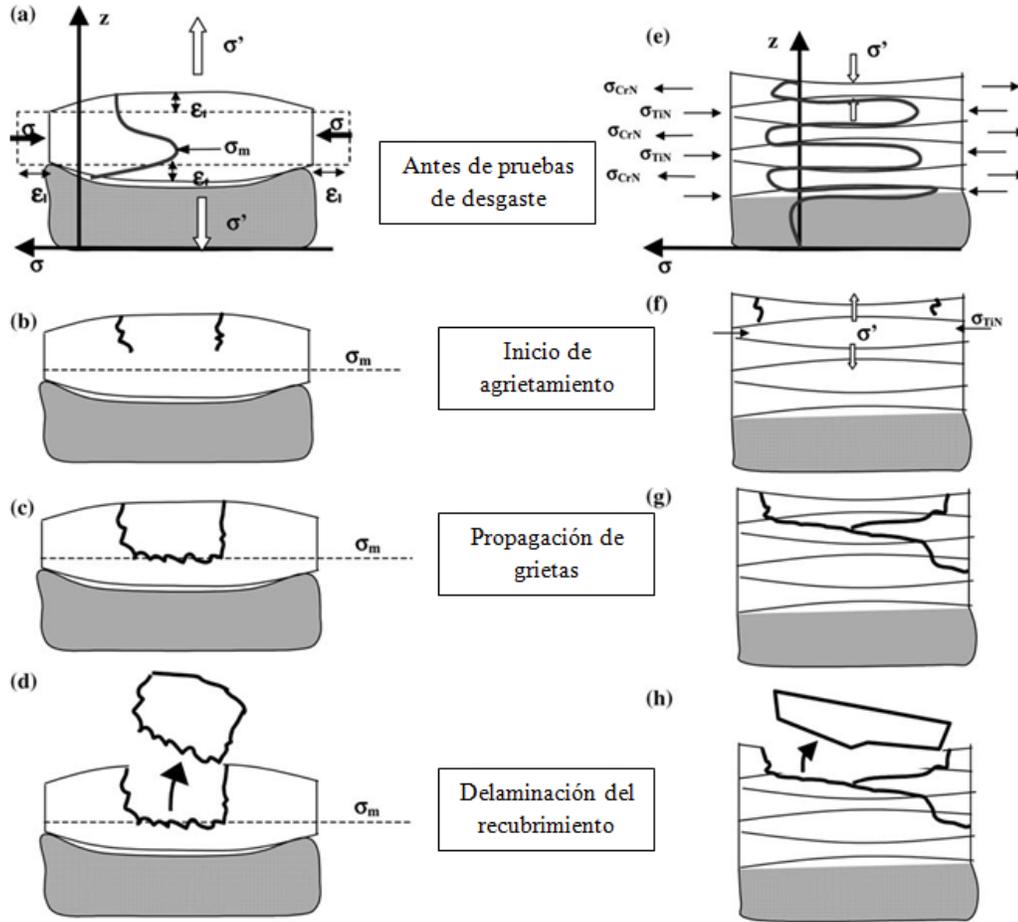


Figura 5.4 Ilustración del modelo de desgaste propuesto para los recubrimientos: monocapa (izquierda) y multicapas (derecha) [84, 85].

Por otra parte, los recubrimientos multicapas están sometidos a un campo de esfuerzos cíclicos fluctuantes (figura 5.1e) superpuesto al esfuerzo compresivo principal. Por lo tanto, las capas de TiN están sujetas a un esfuerzo tensil transversal ( $\sigma'$ ) mientras las capas de CrN a un esfuerzo compresivo (figuras 5.4e y 5.4f). De acuerdo a este modelo, las grietas primero se propagaran preferencialmente paralelas a las interfaces en las capas de TiN y transversalmente en las capas de CrN, la red será sometida a esfuerzos longitudinales tensiles inducidos por las capas de TiN ( $\sigma_{CrN}$  en la figura 5.4e). Por lo tanto, las grietas se desviarán cuando crucen las interfaces (figura 5.4g).

De acuerdo a lo anterior, la mejor resistencia al desgaste del recubrimiento multicapas TiN/CrN puede ser consecuencia del número de interfaces entre las capas. En efecto, cada interface juega un papel de obstáculo para las grietas, desviando su propagación gracias a la distribución de esfuerzos locales. Para confirmar este modelo, se requiere de más investigaciones midiendo el perfil de esfuerzos en cada capa.

#### 5.4.1.2 Pruebas de Corrosión

La muestra de aleación Co-Cr nitrurada no sólo presentó la menor resistencia al desgaste, también presentó la densidad de corriente más elevada durante las pruebas electroquímicas (tabla 4.6). Lo anterior se puede atribuir a que el nitrógeno presenta una afinidad mas fuerte hacia el cromo que hacia el cobalto durante el proceso de nitruración a una temperatura de 520 °C, lo cual conduce a un debilitamiento parcial del enlace químico original con la aleación metálica Co-Cr, comprable con la situación encontrada en el proceso de nitruración de aceros inoxidable austeníticos [91]. También ha sido reportado que el proceso de nitruración iónica a temperaturas elevadas conduce a la precipitación de nitruros de cromo, resultando en una disminución de cromo en la solución solida, comprometiendo la resistencia a la corrosión de la aleación debido al decremento o la prohibición de la formación del oxido superficial  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (cromita) minimizando el comportamiento pasivo de la aleación Co-Cr [92]. Esta teoría fue soportada con los resultados de EDS realizados antes y después de las pruebas electroquímicas, en los cuales el decremento de cobalto en la composición química es un resultado de su disolución superficial de la capa compuesta al electrolito, tal como se muestra en la tabla 5.2.

Tabla 5.2 Composición química (% en peso) de la capa compuesta la muestra de Co-Cr nitrurada antes y después de las pruebas de polarización potenciodinámica.

Condición	Co	Fe	Cr	Mo	Si	O	N
CoCrMo Nitrurada antes de PP	50.87	3.06	27.49	6.60	0.94	3.42	7.62
CoCrMo Nitrurada después PP	1.86	-	61.38	11.00	1.99	9.33	14.46

\*PP: Pruebas de polarización

Por otra parte, en la figura 4.41 se puede observar que las curvas potenciodinámicas de los recubrimientos CrN dúplex y no-dúplex mostraron un comportamiento similar, donde la densidad de corriente de corrosión para cada recubrimiento fue de  $2.11 \times 10^{-7}$  y  $1.98 \times 10^{-7}$  A/cm<sup>2</sup> respectivamente (Tabla 4.6), además presentaron un amplio rango de potencial de pasivación (0.85025V). Esto se debió al espesor (3.25  $\mu$ m) y a la uniformidad de la capa de CrN, lo anterior concordancia con Bolton y sus colaboradores [93] quienes sugirieron un comportamiento similar entre Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y CrN, también con un alto rango de pasivación. Sin embargo, cuando la capa de CrN es removida del recubrimiento CrN dúplex durante las pruebas de desgaste, la capa compuesta queda expuesta a la solución de Ringer, la cual habilita los mecanismos de corrosión y desgaste combinados, tal como se mostró en la figura 4.38, donde aparecen picaduras por corrosión en la huella de desgaste.

Los resultados de la prueba de polarización potenciodinámica mostraron una menor densidad de corriente de corrosión en la muestra con el recubrimiento multicapas (TiN/CrN) x 3 no- dúplex ( $1.63 \times 10^{-7}$  A/cm<sup>2</sup>). La elevada resistencia a la corrosión de este recubrimiento fue resultado de la alta calidad de las capas de recubrimiento PVD las cuales fueron aplicadas sobre la superficie de la aleación Co-Cr sin nitrurar, la cual conservó una rugosidad superficial muy baja (Ra= 0.010  $\mu$ m). Sin embargo, el recubrimiento multicapas (TiN/CrN) x 3 en el sistema dúplex fue aplicado sobre la superficie de la aleación Co-Cr dañada o deformada debido al bombardeo iónico durante el proceso de nitruración iónica previo, lo cual promovió un gran número de defectos en

el recubrimiento multicapas, tales como cráteres y micro-poros. Tales defectos permitieron al electrolito llegar la capa compuesta y corroerla. Esto también fue observado por otros autores [94]. Durante las pruebas electroquímicas, sólo se encontraron picaduras en el recubrimiento multicapas (TiN/CrN)x3 dúplex (Figura 5.5). Durante las pruebas de desgaste los recubrimientos multicapas (TiN/CrN) x3 dúplex y no-dúplex mostraron un comportamiento muy similar tanto en el índice de desgaste como en los mecanismos de desgaste (figuras 4.40 y 4.41) donde abrasión y fallas cohesivas y adhesivas fueron observadas.

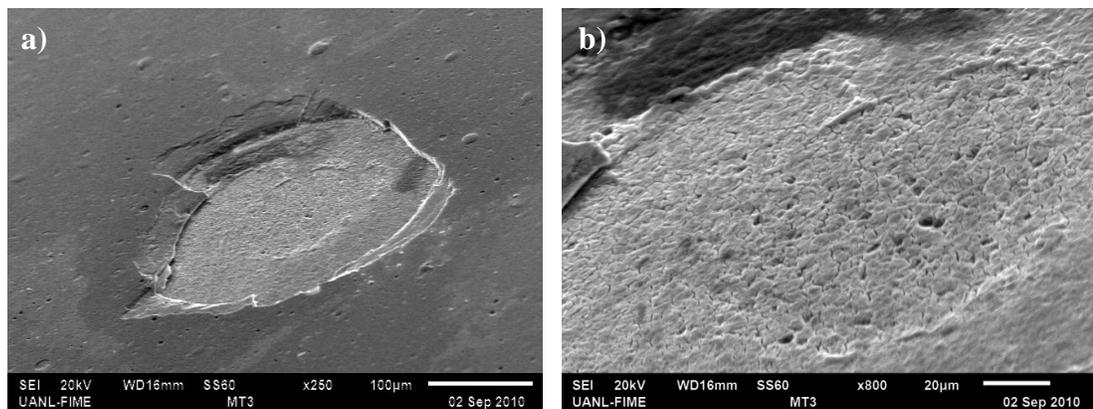


Figura 5.5 Recubrimiento multicapas (TiN/CrN)x3 dúplex mostrando: a) picaduras después de las pruebas electroquímicas magnificada a 250x y; b) morfología de la capa compuesta dentro de la picadura magnificada a 800x.

#### 5.4.2 Pruebas de desgaste en el Simulador de Cadera FIME II

La influencia de la modificación superficial en la aleación Co-Cr en el comportamiento tribológico de prótesis de cadera metal-metal fue investigada utilizando un simulador de cadera con movimientos triaxiales (FIME II). Sólo cuatro condiciones superficiales fueron seleccionadas en base a los mejores resultados de las pruebas tribológicas en la máquina pin-on-disc. Los pares tribológicos evaluados simultáneamente en el simulador de cadera fueron: Metal-Metal, CrN-Metal, Multicapas TiN/CrN-Metal y DLC-Metal. Con el objetivo de obtener huelgos diametrales similares en todas las condiciones evaluadas, las muestras metal-metal fueron maquinadas con los mismos procedimientos de manufactura y especificaciones, sin embargo, se identificaron cambios en la

rugosidad debido a las propiedades inherentes del proceso de recubrimiento. Además, las copas acetabulares fabricadas con aleación Co-Cr con alto contenido de carbono evaluadas contra las cabezas femorales recubiertas con CrN y con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3, presentaron un alto índice de desgaste, tal como se mostró en la figura 4.47. Lo anterior se le puede atribuir al incremento en la rugosidad (valor de Ra) presentado por esas dos condiciones en particular, tal como de muestra en la tabla 4.2. A pesar de estas observaciones; este trabajo experimental esta en conformidad con la importancia del huelgo diametral en el comportamiento del desgaste de articulaciones MOM [95-98].

Por otra parte, las cabezas femorales modificadas superficialmente con recubrimientos de CrN y con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 mostraron un desgaste muy bajo, de 0.5 y 0.6 mm<sup>3</sup> respectivamente. En estas dos condiciones no fue posible identificar la transición del estado inicial al estado de reposo. Para la condición CrN los resultados coinciden con los reportados por otros autores [5, 6]. En el caso del recubrimiento con el sistema multicapa (TiN/CrN)x3 no fue identificada ninguna mejora en la resistencia al desgaste comparada con la condición CrN. Lo anterior se comprobó en el análisis por MEB, cuando los recubrimientos de CrN y del sistema multicapa (TiN/CrN) x 3 y fueron examinados en las figuras 4.49b y 4.50a respectivamente; donde no fue posible identificar ningún mecanismo de desgaste. Sin embargo, cuando las contrapartes (copas acetabulares) fueron examinadas, se observaron mecanismos de abrasión severa y desprendimiento de carburos y/o partículas, lo cual se puede atribuir a un mecanismo de desgaste por fatiga, tal como se muestra en los incisos c) y d) de las figuras 4.49 y 4.50. Las copas de los pares tribológicos mencionados anteriormente presentaron un desgaste al inicio de la prueba 85 veces más alto que las copas probadas contra DLC y cabezas femorales sin recubrir con contacto metal-metal. Esto sugiere que esas condiciones pueden trabajar mejor con contrapartes recubiertas. Se requerirá de trabajos futuros para estudiar esta opción. Por otro lado, las cabezas femorales recubiertas con DLC mostraron un desgaste al inicio de la prueba muy similar al de las cabezas recubiertas CrN y con el sistema multicapas (TiN/CrN)x3. Sin embargo cerca a los 600 mil ciclos, el índice de desgaste incrementó considerablemente comparado con los otros dos

recubrimientos. Este comportamiento puede ser explicado por el desprendimiento del recubrimiento lo cual se puede atribuir a la pobre adhesión del recubrimiento mostrada durante la prueba de rayado, tal como se mostró en la tabla 4.3. A pesar de este fenómeno, en esta condición las copas Co-Cr exhibieron un bajo desgaste en contraste con las copas evaluadas contra CrN y contra el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3. Para el caso de las cabezas sin recubrir del par metal-metal se observó la típica tendencia de desgaste para implantes de cadera metal-metal con un alto índice de desgaste al inicio de la prueba (“running in”) seguido por un bajo índice de desgaste durante el estado de reposo o “steady state”, coincidiendo con otros autores [5,6]. Cabe señalar que en todos los pares tribológicos fue observada la adhesión de proteínas orgánicas, tal como se muestra en las figuras 4.48 a 4.50, con excepción del par tribológico DLC-metal. Sin embargo el papel de ese fenómeno en el comportamiento del desgaste no fue revelado en este trabajo.

# Capítulo 6

## CONCLUSIONES

### 6.1 Introducción

En el presente trabajo de investigación, se buscó mejorar el desempeño tribológico de prótesis de cadera metal-metal sometiendo los componentes femorales de aleación Co-Cr ASTM F1537 a diferentes tratamientos superficiales, tales como nitruración iónica por plasma y recubrimiento por la técnica de depósito físico en fase vapor (PVD por sus siglas en inglés) con CrN y un sistema multicapas de TiN/CrN. Se fabricaron cabezas femorales prototipo de la aleación Co-Cr mencionada anteriormente así como también muestras para caracterización y evaluación tribológica. Se realizaron cinco procesos de nitruración con diferentes parámetros de proceso con el fin de seleccionar las condiciones óptimas para la nitruración iónica de la aleación Co-Cr. Una vez seleccionadas las condiciones óptimas para el proceso de nitruración iónica, tanto las cabezas femorales prototipo como las muestras para caracterización y evaluación tribológica fueron sometidas a los diferentes tratamientos superficiales mencionados anteriormente. Se realizó una caracterización exhaustiva de las diferentes condiciones superficiales creadas y finalmente se realizaron pruebas tribológicas y de corrosión. El desempeño tribológico de las superficies creadas se evaluó bajo diferentes condiciones en dos dispositivos tribológicos: una máquina de desgaste pin-on-disc y un simulador de cadera con movimientos triaxiales.

De acuerdo a los resultados experimentales, se puede concluir lo siguiente:

## 6.2 Selección de parámetros óptimos para el proceso de nitruración iónica de la aleación Co-Cr ASTM F1537

- Se encontró la formación de una segunda fase en la superficie de cada una de las muestras nitruradas iónicamente, evidenciada por una banda continua uniforme denominada como capa compuesta con espesores en el rango de 1.5 a 2.3  $\mu\text{m}$ , con valores dureza y modulo elástico mayores a los de la aleación Co-Cr.
- Se determinó que el proceso de nitruración iónica incrementa la rugosidad superficial de las muestras. Lo anterior se atribuye al bombardeo iónico realizado durante el proceso de AEGD y durante el proceso de nitruración iónica.
- Con el tratamiento de nitruración iónica se presenta un cambio en la estructura  $\alpha$  de la aleación Co-Cr debido a la incorporación de nitrógeno en los planos primarios (111) y (200). Estos picos fueron reconocidos como CrN, debido a la implantación de nitrógeno. Después del tratamiento de nitruración iónica, la fase  $\epsilon$  desaparece en todos los planos y se presenta la fase CrN cerca de los mismos ángulos. El cambio más notable se presentó en los picos (200) y (111), lo cual generó una orientación más favorable para la incorporación de nitrógeno.
- De acuerdo al perfil de composición elemental, se estableció que la fase que precipita durante el proceso de nitruración iónica en la aleación Co-Cr no sólo está compuesta por nitruros de cromo (CrN), sino también por nitruros compuestos de la forma (Co, Cr, Mo, Mn,) N.
- Se estableció el valor de 2.5 como el potencial óptimo para los procesos de nitruración iónica de la aleación Co-Cr en el dispositivo CDS-1.

## 6.3 Caracterización de muestras testigo después de los tratamientos superficiales

### 6.3.1 Rugosidad

- El incremento en la rugosidad de las muestras nitruradas no repercute en la rugosidad final de los recubrimientos dúplex, ya que la rugosidad de los recubrimientos dúplex y no-dúplex es la misma tanto en los recubrimientos monocapa como en los multicapas ( $\text{CrN} = 0.100 \mu\text{m}$  y  $\text{TiN/CrN} = 0.165 \mu\text{m}$ ).
- La rugosidad de los recubrimientos multicapa ( $\text{TiN/CrN}$ ) x 3, tanto dúplex como no-dúplex, es mayor que la de los recubrimientos monocapa de CrN, debido al gran número de macropartículas de Ti acumuladas en el sustrato durante el depósito de Ti en los recubrimientos multicapas.

### 6.3.2 Propiedades mecánicas

- La dureza del recubrimiento multicapas fue de 26 GPa mientras que la del recubrimiento monocapa CrN fue de 19 GPa.
- El efecto de endurecimiento del recubrimiento multicapas se atribuye a la resistencia al deslizamiento de las dislocaciones a través de las interfaces entre las capas de TiN y CrN. Cada interface funciona como frontera de grano en relación al mecanismo Hall-Petch, por lo que las dislocaciones se concentran en las interfaces entre capas y ocurre un endurecimiento por tensión.

### 6.3.3 Adhesión

- El proceso de nitruración iónica aplicado a la aleación Co-Cr previo al proceso de recubrimiento por PVD mejora significativamente la adhesión de los recubrimientos al sustrato. La dureza de la capa compuesta nitrurada provee una

mejor capacidad de soporte de carga al sustrato, haciéndolo más difícil de deformar bajo la aplicación de carga.

- Otro factor que contribuye al mejoramiento de la adhesión en los recubrimientos dúplex es el decremento gradual de la dureza desde el recubrimiento PVD pasando por la capa compuesta nitrurada hasta llegar al sustrato, lo cual forma una configuración de gradiente de dureza.

## **6.4 Pruebas de desgaste y corrosión**

### 6.4.1 Pruebas de desgaste bajo condiciones lubricadas (Pruebas Pin-on-disc)

- A pesar de que el proceso de nitruración iónica mejora la adhesión de los recubrimientos al sustrato de aleación Co-Cr tal como se demostró en las pruebas de rayado, no se detectó mejora alguna en la resistencia al desgaste entre los recubrimientos dúplex y no-dúplex durante las pruebas de desgaste.
- Los recubrimientos multicapa (TiN/CrN)x3 dúplex y no-dúplex mostraron la más alta resistencia al desgaste. Lo anterior se atribuye tanto a su elevada dureza como al papel que juegan las interfaces entre capas como obstáculos desviando las grietas generadas en la superficie.
- Las muestras de aleación Co-Cr nitrurada presentaron el mayor índice de desgaste debido a los mecanismos combinados de desgaste y corrosión.

### 6.4.2 Pruebas de corrosión

- La muestra de aleación Co-Cr nitrurada presentó la mayor densidad de corriente de corrosión con  $4.99 \times 10^{-6}$  A/cm<sup>2</sup> (el índice de corrosión más alto), mientras que la muestra recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex

presentó la densidad de corriente más baja con  $1.63 \times 10^{-7}$  A/cm<sup>2</sup> (el menor índice de corrosión).

## 6.5 Pruebas de desgaste en el Simulador de cadera FIME II

### a) Cabezas femorales:

- Las cabezas femorales recubiertas por la técnica de PVD con CrN y con el sistema multicapas (TiN/CrN)x3 presentaron los valores más bajos de desgaste al final de las pruebas.
- El recubrimiento DLC presentó un cambio notable a los 600 mil ciclos de prueba incrementando su tendencia de desgaste. Esta condición presentó mecanismos de desgaste de abrasión y adhesión.
- Para la condición metal-metal, la cabeza femoral mostró un alto índice de desgaste durante el inicio de la prueba con una transición al estado de reposo. Los mecanismos de desgaste actuantes en esta condición fueron abrasión y desgaste por fatiga con presencia de micro picaduras.

### b) Copas acetabulares:

- Las copas acetabulares fabricadas con aleación Co-Cr ASTM F75 con alto contenido de carbono exhibieron un daño severo por abrasión y desgaste por fatiga cuando fueron probadas contra cabezas femorales recubiertas por CrN y con el sistema multicapa (TiN/CrN) x 3. Esas copas presentaron un índice de desgaste al inicio de la prueba 85 veces más alto que el de las copas probadas contra cabezas femorales recubiertas con DLC y cabezas femorales sin recubrir.

### c) Desgaste total:

- Considerando la pérdida volumétrica de las copas acetabulares y las cabezas femorales en conjunto, el par tribológico DLC-Metal mostró el menor índice de desgaste durante las pruebas tribológicas.

Los recubrimientos dúplex creados bajo las condiciones utilizadas en el presente proyecto de investigación no son adecuados para desempeño tribológico en ambientes biológicos debido al riesgo presentado por la capa compuesta debido a su pobre resistencia a la corrosión y al desgaste. Sin embargo, los recubrimientos PVD multicapas pueden ser una buena alternativa para ser considerados en aplicaciones para articulaciones humanas.

## RECOMENDACIONES

De acuerdo con los resultados obtenidos en el presente estudio y del estado del arte para los implantes de cadera de contacto metal-metal en aleación Co-Cr modificados superficialmente por medio de recubrimientos duros biocompatibles, en el siguiente párrafo se citan algunas recomendaciones para continuar futuras investigaciones en el tema y mejorar las técnicas de fabricación y evaluación para implantes de este tipo.

- Estudiar nuevas combinaciones de recubrimientos multicapas, teniendo como capa externa CrN.
- Estudiar el comportamiento tribológico de pares metal-metal con ambos componentes (esfera y copa) recubiertos con recubrimientos multicapa.
- Estudiar el comportamiento tribológico de pares metal-metal con ambos componentes (esfera y copa) recubiertos con diferentes tipos de recubrimientos DLC.
- Estudiar las partículas de desgaste generadas por desgaste durante las pruebas tribológicas.
- Desarrollar una tecnología para incrementar la velocidad de pulido de esferas y copas.
- Desarrollar un sistema de medición y monitoreo de torque al Simulador de Cadera FIME II con la finalidad de realizar mediciones de fricción durante las pruebas tribológicas.
- Desarrollar un sistema para controlar la temperatura del lubricante durante las pruebas tribológicas en el Simulador de Cadera FIME II.

# BIBLIOGRAFÍA

- [1] Z.M. Jin, M. Stone, E. Ingham, J. Fisher, *Biotribology*, *Current Orthopaedics*, Volume 20, Issue 1, February 2006, Pages 32-40.
- [2] Ian D Learmonth, Claire Young, Cecil Rorabeck, The operation of the century: total hip replacement, *The Lancet*, Volume 370, Issue 9597, 27 October–2 November 2007, Pages 1508-1519.
- [3] Jacobs, J. J., Skipor, A. K., Doorn, P. F., Campbell, P., Schmalzried, T. P., Black, J. and Amstutz, H. C. Cobalt, and chromium concentrations in patients with metal on metal total hip replacements. *Clin. Orthop.*, 1996, 329, S256–263.
- [4] Doorn, P. F., Mirra, J. M., Campbell, P. A. and Amstutz, H. C. Tissue reaction to metal on metal total hip prostheses. *Clin. Orthop.*, 1996, 329, S 187–205.
- [5] Fisher J, Hu X, Tipper J, et al: An in vitro study of the reduction in wear of metal-on-metal hip prostheses using surface engineered femoral heads. *Proc I Mech Eng [H]* 216:219, 2002.
- [6] J. Fisher, X.Q. Hu, T.D. Stewart, S. Williams, J.L. Tipper, E. Ingham, M.H. Stone, C. Davies, P. Hatto, J. Bolton, M. Riley, C. Herdaker, G.H. Isaac, G. Berry, Wear of surface engineered metal-on-metal hip prostheses, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 15 (2004) 225–235.
- [7] Alison L. Galvin, Sophie Williams, Peter Hatto, Jonathan Thompson, Graham Isaac, Martin Stone, Eileen Ingham, John Fisher, Comparison of wear of ultra high molecular weight polyethylene acetabular cups against alumina ceramic and chromium nitride coated femoral heads, *Wear*, Volume 259, Issues 7–12, July–August 2005, Pages 972-976,
- [8] J.-D. Kamminga, P.F.A. Alkemade, G.C.A.M. Janssen, Scratch test analysis of coated and uncoated nitrided steel, *Surface and Coatings Technology*, Volumes 177–178, 30 January 2004, Pages 284-288.
- [9] R. Hoy, J.-D. Kamminga, G.C.A.M. Janssen, Scratch resistance of CrN coatings on nitrided steel, *Surface and Coatings Technology*, Volume 200, Issues 12–13, 31 March 2006, Pages 3856-3860.
- [10] A. Çelik, Ö. Bayrak, A. Alsaran, İ. Kaymaz, A.F. Yetim, Effects of plasma nitriding on mechanical and tribological properties of CoCrMo alloy, *Surface & Coatings Technology* 202 (2008) 243-2438.

- [11] J. Chen, X.Y. Li, T. Bell, H. Dong, Improving the wear properties of Stellite 21 alloy by plasma surface alloying with carbon and nitrogen, *Wear* 264 (2008) 157-165.
- [12] R. Wei, T. Booker, C. Rincon, J. Arps, High-intensity plasma ion nitriding of orthopedic materials Part I. Tribological study, *Surface & Coatings Technology* 186 (2004) 305-313
- [13] B. R. Lanning, R. Wei, High intensity plasma ion nitriding of orthopedic materials Part II. Microstructural analysis, *Surface & Coatings Technology* 186 (2004) 314-319
- [14] I.-M. Eichertopf, A. Lehmann, J. Lutz, J. W. Gerlach, S. Mandl, *Plasma Proc. Polymers* 2007, 4, S44–S48.
- [15] J. Lutz, S. Mändl, Reduced tribocorrosion of CoCr alloys in simulated body fluid after nitrogen insertion, *Surface & Coatings Technology* 204 (2010) 3043-3046.
- [16] J. Walkowicz, J. Smolik, J. Tacikowski, Optimization of nitrided case structure in composite layers created by duplex treatment on the basis of PVD coating adhesion measurement, *Surface & Coatings Technology* 116–119 (1999) 370–379.
- [17] J. Smolik, J. Walkowicz, J. Tacikowski, Influence of the structure of the composite: ‘nitrided layer/PVD coating’ on the durability of tools for hot working, *Surface and Coatings Technology* 125 (2000) 134–140.
- [18] J. Smolik, M. Gulde, J. Walkowicz, J. Suchanek, Influence of the structure of the composite: ‘nitrided layer/PVD coating’ on the durability of forging dies made of steel DIN-1.2367, *Surface and Coatings Technology* 180–181 (2004) 506–511.
- [19] SangYul Lee, Mechanical properties of  $TiN_x/Cr_{1-x}N$  thin films on plasma nitriding-assisted AISI H13 steel *Surface and Coatings Technology*, Volume 193, Issues 1–3, 1 April 2005, Pages 55-59.
- [20] Microsoft ® Encarta ® 2007. © 1993-2006 Microsoft Corporation. Reservados todos los derechos.
- [21] L. Mattei, F. Di Puccio, B. Piccigallo, E. Ciulli, Lubrication and wear modelling of artificial hip joints: A review, *Tribology International*, Volume 44, Issue 5, May 2011, Pages 532-549.
- [22] M. Comín, R. Dejoz, C. Atienza, J. Prat, L. Peris, P. Vera, A. Gil, C. Reig. *Biomecánica articular y sustituciones protésicas*. Instituto de Biomecánica de Valencia, España. 1998
- [23] Nordin M, Frankel VH. *Basic biomechanics of the musculoskeletal system*. 3rd ed. Lippincott Williams & Wilkins; 2001

- [24] Hip and Knee Survey 2009. 2009.
- [25] Brown AS. Hip new world. *ASME Mech Eng* 2006; 128:28–33
- [26] Amstutz H, Grigoris P, Doney F. Evolution and future of surface replacement of the hip. *J Orthop Sci* 1998;3: 169–86.
- [27] Dowson D, Mc Nie C, Goldsmith AAJ. Direct experimental evidence of lubrication in metal-on-metal total hip replacement. *J Mech Eng Sci* 2000; 214:75–86.
- [28] Callaghan JJ, Rosenberg AG, Rubash HE. *The adult hip*. Philadelphia, USA: Lippincott Williams and Wilkins; 2007.
- [29] Buddy D. Ratner, Allan S. Hoffman, Frederick J. Schoen, and Jack E. Lemons, *Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine*. Academic Press. 1996.
- [30] R. Hauert, An overview on the tribological behavior of diamond-like carbon in technical and medical applications *Tribology International*, Volume 37, Issues 11–12, November–December 2004, Pages 991-1003.
- [31] Litonjua LA, et al. Tooth wear: attrition, erosion, and abrasion. *Quintessence Int* 2003;34 (6):435,
- [32] Turssi CP, et al. Wear of dental resin composites: insights into underlying processes and assessment methods—a review. *J Biomed Mater Res* 2003;65B (2):280.
- [33] Holly FJ, Holly TF. Advances in ocular tribology. *Adv Exp Med Biol* 1994; 350:275.
- [34] Reul H, et al. In-vitro assessment of the wear development mechanism and stabilization of wear in the Edwards MIRA/Sorin Bicarbon mechanical heart valve orifice ring. *J Heart Valve Dis* 2002;11(3):409.
- [35] Shahgaldi BF, Compson J. Wear and corrosion of sliding counterparts of stainless-steel hip screw-plates. *Injury* 2000; 31(2):85.
- [36] Mow VC, Ateshian GA, Spilker RL. Biomechanics of diarthrodial joints: a review of twenty years of progress. *J Biomech Eng* 1993; 115 (4B):460.
- [37] Dowson D. New joints for the Millennium: wear control in total replacement hip joints. *Proc Inst Mech Eng J Eng Med* 2001; 215(4):335.
- [38] Dowson D, Wright V. *Introduction to the biomechanics of joints and joint replacements*. London: Mechanical Engineering Publications Ltd; 1981.
- [39] Pagina web de Tribology-ABC <http://www.tribology-abc.com/abc/history.htm>.

- 40) M. A. L. Hernández, Influencia microestructural y dimensional en el desgaste de prototipos de prótesis de cadera metal-metal fabricados en Co-Cr-Mo-C. Tesis de doctorado en ingeniería de materiales UANL FIME (2004)
- [41] Página web de PLINT Tribology Products: <http://www.phoenixtribology.com/cat/at2/thumbs/te89.htm>
- [42] M. Hutchings, Tribology, Ed. Edward Arnold. 1992
- [43] B. Bhushan, Principles and Applications of Tribology, Wiley-Interscience; 1 edition (March 11, 1999)
- [44] P.E. Sinnett-Jones, J.A. Wharton, R.J.K. Wood, Micro-abrasion–corrosion of a CoCrMo alloy in simulated artificial hip joint environments, Wear, Volume 259, Issues 7–12, July–August 2005, Pages 898-909.
- [45] Página web de MTS: <http://www.mts.com> - Bionix® 12-Station Hip Wear Simulator
- [46] Página web del ITeE-PIB en Tribologia.org:  
<http://www.tribologia.org/ptt/inst/rad/ITeE-PIB T-11>
- [47] Página web del ITeE-PIB en Tribologia.org:  
<http://www.tribologia.org/ptt/inst/rad/ITeE-PIB T-17>
- [48] Saikko V, A 12-station, anatomic hip joint simulator, J Eng Med, 2005, 219, 437-448.
- [49] Página web de Shore Western:  
<http://www.shorewestern.com/DOCUMENTS/Hip.pdf>
- [50] Página web de AMTI: <http://www.amti.biz>
- [51] Mattox D, Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing, Noyes Publications 1998.
- [52] C Ducros, V Benevent, F Sanchette, Deposition, characterization and machining performance of multilayer PVD coatings on cemented carbide cutting tools, Surface and Coatings Technology, Volumes 163–164, 30 January 2003, Pages 681-688.
- [53] C. Ducros, C. Cayron, F. Sanchette, Multilayered and nanolayered hard nitride thin films deposited by cathodic arc evaporation. Part 1: Deposition, morphology and microstructure, Surface and Coatings Technology, Volume 201, Issues 1–2, 12 September 2006, Pages 136-142.

- [54] B. V. Cockeram, Development of wear-resistant coatings for cobalt-base alloys, *Surface and Coatings Technology*, Volumes 120-121, November 1999, Pages 509-518.
- [55] B. V. Cockeram, W. L. Wilson, The hardness, adhesion and wear resistance of coatings developed for cobalt-base alloys, *Surface and Coatings Technology*, Volume 139, Issues 2-3, 15 May 2001, Pages 161-182.
- [56] ASM International, *ASM Handbook*, Volume 3: Alloy Phase Diagrams.
- [57] Pye D., *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing*, ASM International; illustrated edition.
- [58] Machlet A., U.S. Patent 1,092,925, 24 June 1913.
- [59] Fry A., U.S. Patent 1,487,554, 18 March 1924.
- [60] Walkowicz J., On the mechanisms of diode plasma nitriding in  $N_2-H_2$  mixtures under DC-pulsed substrate biasing, *Surface and Coatings Technology*, Volumes 174-175, September-October 2003, Pages 1211-1219.
- [61] C. Subramanian, K. N. Strafford, Review of multicomponent and multilayer coatings for tribological applications, *Wear*, Volume 165, Issue 1, 1 May 1993, Pages 85-95.
- [62] R. Fella, H. Holleck and H. Schulz, *Surf: Coat. Technol.*, 36 (1988) 257.
- [63] P. Vincenzini, in IL N. Strafford, P. K. Datta and J. Gray (eds.), *Surface Engineering Practices: Z'rocesses, Fundamentals and Applications in Corrosion and Wear*, Ellis Horwood, Chichester, 1990.
- [64] A. Hara, T. Asai, H. Sakanoue, K. Hirose and Y. Doi, *S. Atr. Machine Tool Review*, Jub (1983) 5.
- [65] B. Kellock, *Mach. Prod. Eng.*, 148 (1990) 61.
- [66] J. R. Coleman, *Manuf Eng.*, 104 (1990) 38.
- [67] Z. Renji, L. Ziwei, C. Zhouping and S. Qi, *Wear*, 147 (1991) 227.
- [68] J.B. Park, Y.K. Kim, *The biomedical engineering handbook*, in: Joseph D. Bronzino (Ed.), Section IV - Biomaterials, 2nd Ed, CRC Press LLC, Florida, 2000.
- [69] ASTM. ASTM F 75-01. American Society for Testing and Materials Standard Specification for Cobalt-28 Chromium-6 Molybdenum Alloy Castings and Casting Alloy for Surgical Implants (UNS R30075). Vol 13.01. 2001.

- [70] D. Dowson, C Hardaker, M Flett, G. Issac, A hip joint simulator study of the performance of metal-on-metal joints, *J. Arthroplasty*, 19 (2004) 118-123.
- [71] F. Liu, Z. Jin, P. Roberts, P. Grigoris, Importance of head diameter, clearance, and cup wall thickness in elastohydrodynamic lubrication analysis of metal-on-metal hip resurfacing prostheses. *Proc. Instn Mech. Engrs, Part H: J. Engineering in Medicine* 220 (2006) 695-704.
- [72] M. Uemura, T. Yamamoto, K. Fushimi, Y. Aoki, K. Shimizu, H. Habazaki, Depth profile analysis of thin passive films on stainless steel by glow discharge optical emission spectroscopy, *Corrosion Science*, Volume 51, Issue 7, July 2009, Pages 1554-1559.
- [73] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments *Journal of Materials Research*, 7 (1992) 1564-1583.
- [74] Y. He, I. Apachitei, J. Zhou, T. Walstock, J. Duszczyk, Effect of prior plasma nitriding applied to a hot-work tool steel on the scratch-resistant properties of PACVD TiBN and TiCN coatings, *Surface & Coatings Technology* 201 (2006) 2534–2539.
- [75] C. B. Santos, L. Haubold, H. Holeczek, M. Becker, Wear–Corrosion Resistance of DLC/CoCrMo System for Medical Implants with Different Surface Finishing, *M. Metzner in Tribology Letters* (2010) .
- [76] D.E. Lozano, R.D. Mercado-Solis, A.J. Perez, J. Talamantes, F. Morales, M.A.L. Hernandez-Rodriguez, Tribological behaviour of cast hypereutectic Al–Si–Cu alloy subjected to sliding wear, *Wear* 267 (2009) 545–549.
- [77] B. Matthes, E. Brozeit, J. Aromaa, H. Ronkainen, S.-P. Hannula, A. Leyland, A. Matthews, Corrosion performance of some titanium-based hard coatings, *Surface & Coatings Technology* 49 (1991) 489–495.
- [78] J.A. Ortega Sáenz, Desarrollo de un simulador de cadera incluyendo microseparación, Tesis de maestría en ciencias de la ingeniería mecánica con especialidad en materiales UANL FIME (2007)
- [79] J.A. Ortega-Sáenz, M.A.L. Hernández-Rodríguez, A. Pérez-Unzueta, R. Mercado-Solis Development of a hip wear simulation rig including micro-separation, *Wear*, Volume 263, Issues 7–12, 10 September 2007, Pages 1527-1532
- [80] J. Paul, Force actions transmitted by joints in the human body, *Proc. R Soc Lond B Biol Sci.*, 192 (1976) 163-172.

- [81] ISO/DIS 14242-1 Draft International Standard, 2001. Implants for surgery—wear of total hip joint prostheses—Part 1: loading and displacement parameters for wear-testing machines and corresponding environmental conditions for test.
- [82] Y.S. Liao, R.H. Shiue, Carbide tool wear mechanism in turning of Inconel 718 superalloy, *Wear* 193 (1996) 16.
- [83] S. Creasey, D.B. Lewis, I.J. Smith, W.-D. Münz, SEM image analysis of droplet formation during metal ion etching by a steered arc discharge, *Surface and Coatings Technology*, Volume 97, Issues 1–3, December 1997, Pages 163-175.
- [84] C. Mendibide, J. Fontaine, P. Steyer, C. Esnouf, Dry Sliding Wear Model of Nanometer Scale Multilayered TiN/CrN PVD Hard Coatings, *Tribol. Lett.* 17 (2004) 779.
- [85] C. Mendibide, P. Steyer, J. Fontaine, P. Goudeau, Improvement of the tribological behaviour of PVD nanostratified TiN/CrN coatings — An explanation *Surface and Coatings Technology*, Volume 201, Issue 7, 20 December 2006, Pages 4119-4124.
- [86] X.T. Zeng, S. Mridha, U. Chai, Properties of unbalanced magnetron sputtered TiN/NbN multilayer coatings, *Journal of Materials Processing Technology*, Volumes 89–90, 19 May 1999, Pages 528-53.
- [87] KNOTEK O., ELSING R., KRAMER G., JUNGBLUT F. On the origin of compressive stress in PVD coatings – an explicative model. *Surface and Coatings Technology*, 1991, Vol. 46, pp. 265-274.
- [88] Lattice distortion in thin films of IVB metal (Ti, Zr, Hf) nitrides, I. Goldfarb, J. Pelleg, L. Zevin *Thin solid films* 200 (1991) 117.
- [89] C Nouveau, M.A Djouadi, O Banakh, R Sanjinés, F Lévy, Stress and structure profiles for chromium nitride coatings deposited by r.f. magnetron sputtering, *Thin Solid Films*, Volumes 398–399, November 2001, Pages 490-495.
- [90] M. A. Djouadi, C. Nouveau, O. Banakh, R. Sanjinés, F. Lévy, G. Nouet, Stress profiles and thermal stability of  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  films deposited by magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology*, Volumes 151–152, 1 March 2002, Pages 510-514.
- [91] T. Christiansen, M.A.J. Somers, Controlled dissolution of colossal quantities of nitrogen in stainless steel, *Metallurgical and Materials Transactions A* 37 (2006) 675-682.
- [92] I. Milošev, H.-H. Strehblow, The composition of the surface passive film formed on CoCrMo alloy in simulated physiological solution, *Electrochimica Acta* 48 (2003) 2767-2774.

- [93] J. Bolton, X. Hu, In vitro corrosion testing of PVD coatings applied to a surgical grade Co-Cr-Mo alloy, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 13 (2002) 567-574.
- [94] V.K.W. Grips, V. E. Selvi, H.C. Barshilia, K.S. Rajam, Effect of electroless nickel interlayer on the electrochemical behavior of single layer CrN, TiN, TiAlN coatings and nanolayered TiAlN/CrN multilayer coatings prepared by reactive dc magnetron sputtering, *Electrochimica Acta* 51 (2006) 3461-3468.
- [95] D. Dowson, C Hardaker, M Flett, G. Issac, A hip joint simulator study of the performance of metal-on-metal joints. *J. Arthroplasty* 19 (2004) 118-123.
- [96] Z. Jin, D. Dowson, J. Fisher, Analysis of fluid film lubrication in artificial hip joint replacements with surfaces of high elastic modulus. *Proc. Instn Mech. Engrs, Part H* 211 (1997) 247-157.
- [97] G. Isaac, J. Thompson, S. Williams, J. Fisher, Metal-on-metal bearings surfaces: materials, manufacture, design, optimization, and alternatives. *Proc. Instn Mech. Engrs, Part H: J. Engineering in Medicine* 220 (2006) 119-133.
- [98] F. Liu, Z. Jin, P. Roberts, P. Grigoris, Importance of head diameter, clearance, and cup wall thickness in elastohydrodynamic lubrication analysis of metal-on-metal hip resurfacing prostheses. *Proc. Instn Mech. Engrs, Part H: J. Engineering in Medicine* 220 (2006) 695-704.

# ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura</b>	<b>Descripción</b>	<b>Página</b>
2.1	Anatomía de la cadera humana.	7
2.2	Prótesis total de cadera y prótesis de resuperficialización (resurfacing).	8
2.3	Componentes principales de las prótesis de cadera, a) prótesis total de cadera y b) prótesis de resuperficialización (resurfacing).	9
2.4	Diagrama esquemático de un implante de cadera donde $R_1$ es el radio de la cabeza femoral y $R_2$ el radio exterior de la copa acetabular.	16
2.5	Simulador de cadera FIME I, b) simulador de cadera y de rodilla TE 89 (Plint), y c) simulador de fricción en la Universidad de Leeds.	17
2.6	Factores de fricción asociados a los diferentes regímenes de lubricación.	18
2.7	Esquema representativo de los diferentes regímenes de lubricación: a) lubricación al límite, b) lubricación mixta y, c) lubricación de película.	21
2.8	Esquema representativo del desgaste abrasivo.	24
2.9	Esquema representativo del desgaste adhesivo.	24
2.10	Esquema representativo del desgaste por fatiga.	25
2.11	Esquema representativo del desgaste por corrosión.	25
2.12	Tribómetros con geometrías simplificadas: a) pin-on-disc y b) pin-on-plate; c) simulador de cadera.	27
2.13	a) Máquina de desgaste T-11 con configuración pin-on-disc y, pares tribológicos: b) pin-on-disc y c) ball-on-disc.	27
2.14	a) Par tribológico pin-on-plate (metal-metal) y, b) máquina reciprocante de desgaste T -17 con configuración pin-on-plate.	28
2.15	Simuladores de cadera: a) simulador de cadera HUT-4 con 12 estaciones de prueba, b) estación de prueba del simulador de cadera	28

	HUT-4 mostrando un par tribológico metal- UHMWPE, c) simulador de cadera Shore Western y d) simulador de cadera AMTI.	
2.16	Diagrama de equilibrio de fases hierro-nitrógeno.	30
2.17	Esquema de la estructura superficial de un material nitrurado.	32
2.18	Diagrama esquemático de una cámara de vacío para realizar el proceso de nitruración iónica.	35
2.19	Diferentes técnicas del proceso PVD: a) evaporación en vacío; b) y c) pulverización catódica en un ambiente de plasma; d) pulverización catódica en vacío; implantación iónica: e) en un ambiente de plasma con una fuente de evaporación térmica, f) con una fuente de pulverización catódica, g) con fuente de evaporación por arco; y h) depósito asistido por haz de iones (IBAD por sus siglas en inglés) con una fuente de evaporación térmica y bombardeo iónico mediante un cañón de iones.	38
2.20	Esquema representativo del proceso de evaporación en vacío.	39
2.21	Fundamentos de un sistema de recubrimiento.	41
2.22	Representación esquemática de la estructura de diferentes tipos de recubrimientos.	42
2.23	Esquema representativo de un recubrimiento multicapa aplicado a una herramienta de corte.	45
2.24	Mecanismos de desgaste en recubrimientos: a) monocapa; b) multicapa.	45
3.1	Esquema del plan experimental.	47
3.2	Diseño de las cabezas femorales prototipo.	50
3.3	Diseño de la copa acetabular prototipo [41].	50
3.4	Torno CNC OKUMA modelo HERITAGE ES-L8 utilizado para maquinar las copas acetabulares.	52
3.5	a) Pruebas preliminares al maquinado de las copas acetabulares y b) copa de aleación CoCrMo ASTM F75 producida por la técnica de fusión y vaciado de precisión.	52
3.6	a) Esfera montada en el chuck del taladro y b) pulido manual.	53

3.7	Acabado final de las muestras prototipo.	54
3.8	Muestras de aleación CoCrMo ASTM F1537-08 fabricadas para las diferentes etapas de la experimentación	56
3.9	a) Pulidora automática Struers RotoPol-11 y b) muestra durante el proceso de pulido.	57
3.10	Discos de pulido Struers a) MD Piano 120, b) MD Allegro y c) MD Dac.	57
3.11	Dispositivo CDS-1: a) vista frontal y b) vista superior.	59
3.12	a) Evaporadores distribuidos en la cámara de vacío, b) puerta de la cámara de vacío.	59
3.13	Evaporador con fuente (o blanco) de titanio.	60
3.14	Base giratoria y portamuestras.	60
3.15	Unidad central de control.	61
3.16	a) Unidad de control de vacío y b) sistema de control de ventilación.	61
3.17	Unidad de control de proceso.	62
3.18	Unidad de control de presión de gases.	63
3.19	Pantalla de entrada de datos para el control computarizado.	64
3.20	a) Portamuestras y muestras en la rejilla antes de ser sometidas a la limpieza ultrasónica y, b) dispositivo ultrasónico.	66
3.21	Limpieza de la cámara de vacío previa al proceso de nitruración iónica: a) con aspiradora y b) con una pequeña toalla de algodón para limpiar los empaques tanto en la puerta como en cámara.	67
3.22	a) Montaje de las muestras en el portamuestras dentro de la cámara de vacío y b) sujeción del portamuestras.	67
3.23	a) Ajuste del pirómetro, ubicado en la puerta y b) ajuste del soporte del dispositivo óptico, ubicado a un costado de la cámara de vacío.	68
3.24	Proceso de nitruración iónica.	71
3.25	Portamuestras utilizados durante los tratamientos superficiales.	74
3.26	Proceso de nitruración iónica: a) Limpieza por bombardeo iónico mediante la técnica AEGD, b) calentamiento por bombardeo iónico y c) nitruración iónica.	76

3.27	Muestras después del proceso de nitruración iónica.	76
3.28	Calentamiento de los sustratos por medio de: a) calentadores infrarrojos y b) bombardeo iónico.	77
3.29	Proceso de depósito físico en fase vapor PVD.	78
3.30	Evaporador con el blanco de titanio	79
3.31	Calentamiento por bombardeo con iones de cromo y titanio simultáneamente.	79
3.32	Proceso de depósito del recubrimiento multicapas TiN/CrN: a) depósito de CrN y b) depósito de TiN.	80
3.33	Muestras prototipo después del proceso de recubrimiento con el sistema multicapas de TiN/CrN.	81
3.34	Muestras testigo (cabezas femorales) con diferentes condiciones superficiales: a) CoCrMo sin tratar, b) CrN no-dúplex, c) multicapas (TiN/CrN) no-dúplex, d) nitrurada iónicamente, e) CrN dúplex y, f) multicapas (TiN/CrN) dúplex.	82
3.35	Muestras recubiertas con DLC: a) Muestra prototipo y, b) muestras T-20 y muestras testigo.	83
3.36	Análisis de microscopia de fuerza atómica a: a) muestra testigo, b) cabeza femoral y c) cabeza femoral recubierta por la técnica PVD.	84
3.37	Medición de rugosidad utilizando un rugosímetro Hommelwerke LV-50E.	85
3.38	a) Espectrómetro JY 10000 RF, b) fuente de descarga luminiscente y c) muestra después del análisis.	86
3.39	a) Equipo de nano-indentación CSEM	87
3.40	Ilustración de la prueba de rayado.	88
3.41	a) Equipo Revertest Scratch Tester (CSEM), b) muestra durante el análisis.	89
3.42	a) Máquina de coordenadas Mitutoyo QM-Measure 353 y b) medición de huelgo y error de forma de muestras prototipo.	90
3.43	Representación esquemática de la máquina de pruebas tribológicas	91

	pin-on-disc [78] utilizada para las pruebas tribológicas.	
3.44	Muestras para pruebas tribológicas en la máquina de desgaste con movimiento reciprocante T-17.	92
3.45	a) Muestra POD y esfera de aleación Co-Cr ASTM F75, y b) aditamento de acero inoxidable para pruebas en la maquina pin-on-disc.	92
3.46	Celda electrolítica.	94
3.47	Esquema representativo del simulador de cadera FIME II.	96
3.48	a) Ciclo de carga simplificado utilizado durante las pruebas tribológicas en el simulador de cadera FIME II y, b) curvas de los movimientos realizados por el simulador de cadera FIME II: flexión/extensión (FE), abducción/aducción (AA) y rotación interna y externa (RIE) [81].	97
3.49	Contenedor de lubricante y porta-esfera del simulador de cadera.	98
3.50	a) Aditamento de acero inoxidable y b) el orificio del vástago de la cabeza femoral y el orificio del aditamento alineados.	99
3.51	a) Tornillos, arandelas y perno de acero inoxidable y b) ensamble de la cabeza femoral al porta-esfera.	99
3.52	a) Estaciones de prueba del simulador de cadera y b) ensamble del porta-esfera por medio de opresores.	100
3.53	a) Copa acetabular, b) porta-copa, c) y d) mamelón en el porta-copa	101
3.54	a) Espiga y b) conjunto porta-copa/espiga montado en uno de los brazos del simulador de cadera.	101
3.55	Suero fetal bovino utilizado durante las pruebas en el simulador de cadera.	102
3.56	Lubricante en las estaciones de prueba: a) antes de montar las copas y b) después de montar las copas.	103
3.57	Sistema de carga variable del simulador de cadera y sus diferentes componentes.	103
3.58	Ajuste de opresores de los pivotes.	104
3.59	Sistema de carga variable del simulador de cadera y sus diferentes	104

	componentes.	
3.60	a) Sistema automático de suministro de agua y b) válvula solenoide	105
3.61	Sensor del contador de ciclos.	105
3.62	a) Computadora y fuente de poder del simulador de cadera y b) válvula proporcional.	106
3.63	a) Fuente de poder y b) contador de ciclos.	107
3.64	Unidad de mantenimiento ubicada en la toma de aire.	107
3.65	Unidad de mantenimiento del simulador de cadera.	108
3.66	a) Sistema de carga variable del simulador de cadera FIME II y b) subsistema de distribución de fuerzas del sistema de carga variable.	109
3.67	Panel frontal del programa “InstrumentaciónHipSimulator.vi” en LabView, mostrando los ciclos de carga con una pico máximo de 1 kN.	109
3.68	Sistema de tuerca-contratuerca listos después de la calibración de la carga y, manguera del sistema automático de suministro de agua sujeta por medio de cinchos.	110
3.69	Contador de ciclos del simulador de cadera.	111
3.70	Pantalla de Unidades Propuestas y Unidades Establecidas del contador de ciclos del simulador de cadera.	111
3.71	Contador de ciclos del simulador de cadera con paro automático programado a los 300 mil ciclos.	112
3.72	Pantalla de Unidades Establecidas y Unidades Restantes en el contador de ciclos del simulador de cadera.	112
3.73	Pantalla del contador ciclos al inicio de la prueba.	112
3.74	Estación de pruebas del simulador FIME I.	114
3.75	Recipiente de lubricante.	115
3.76	a) Estructura posicionada a 90° con respecto a la base y, b) dinamómetro digital con aditamento de gancho.	115
3.77	Medición de la fuerza necesaria para mover la estructura	116
4.1	Microscopía de fuerza atómica de las muestras nitruradas con los siguientes potenciales de nitruración: a) 1.0, b) 1.5, c) 2.0, d) 2.5, e)	118

	3.0 y, f) Co-Cr base (sin nitrurar).	
4.2	Micrografías de la sección transversal de las muestras nitruradas con los siguientes potenciales de nitruración: a) 1.0, b) 1.5, c) 2.0, d) 2.5, e) 3.0 magnificadas a 1000x.	119
4.3	Comparación de la concentración de nitrógeno en la capa compuesta de cada una de las muestras nitruradas con diferentes potenciales de nitruración: a) 1.0, b) 1.5, c) 2.0, d) 2.5, e) 3.0.	120
4.4	a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 1 (Co-Cr nitrurada), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa de la misma muestra obtenida mediante un barrido lineal de la sección transversal de la muestra por medio de la técnica de EDS.	122
4.5	a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 02 (CrN dúplex), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa de la misma muestra.	123
4.6	a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 03 (recubrimiento multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa de la misma muestra obtenida mediante un barrido lineal de la sección transversal de la muestra por medio de la técnica de EDS.	124
4.7	a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 4 (CrN no-dúplex), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa de la misma muestra obtenida mediante un barrido lineal de la sección transversal de la muestra por medio de la técnica de EDS.	124
4.8	a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 5 (recubrimiento multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa de la misma muestra obtenida mediante un barrido lineal de la sección transversal de la muestra por medio de la técnica de EDS.	125
4.9	a) Micrografía de la sección transversal de la muestra MT CoCr 6	125

- (recubrimiento de DLC), magnificada a 7000x. b) Composición química semicuantitativa de la misma muestra obtenida mediante un barrido lineal de la sección transversal de la muestra por medio de la técnica de EDS.
- 4.10 Microscopía de fuerza atómica de las muestras testigo con las siguientes condiciones superficiales: a) Co-Cr nitrurada, con recubrimientos b) DLC, c) CrN dúplex, d) CrN no-dúplex, y con recubrimientos multicapas (TiN/CrN) x 3: e) dúplex y f) no-dúplex. 126
- 4.11 Patrón de difracción de rayos X obtenido para el muestra de aleación Co-Cr. 128
- 4.12 Patrón de difracción de rayos X obtenido para la muestra MT CoCr 01 después del proceso de nitruración iónica. 129
- 4.13 Patrón de difracción de rayos X obtenido para el recubrimiento CrN depositado en las muestras MT CoCr 02 (CrN dúplex) y MT CoCr 04 (CrN no-dúplex). 129
- 4.14 Patrón de difracción de rayos X obtenido para el recubrimiento multicapas de (TiN/CrN) x 3 depositado en las muestras MT CoCr 03 (multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex) y MT CoCr 05(multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex). 130
- 4.15 Patrón de difracción de rayos X obtenido para el recubrimiento DLC depositado en la muestra MT CoCr 06. 131
- 4.16 Micrografía de la huella de rayado en la muestra MT Co-Cr 1 (Co-Cr nitrurada) magnificada a 500x (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 3.85 N, b) propagación de grietas en la huella a 10 N, c) grietas e inicio del desprendimiento de material ( $L_{C1}$ ) a 32 N, d) pérdida de adhesión ( $L_{C2}$ ) a 50.17 N y desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 54 N. 134
- 4.17 Micrografía de la huella de rayado en la muestra MT Co-Cr 2 (CrN dúplex) a 500x de magnificación (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 7.14 N, b) inicio del desprendimiento del material ( $L_{C1}$ ) a 30.88 N, c) grietas y 135

- desprendimiento de material a 60 N, d) pérdida de adhesión ( $L_{C2}$ ) a 69.84 y desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 72 N.
- 4.18 Micrografía de la huella de rayado en la muestra MT Co-Cr 3 (muestra con recubrimiento multicapas (TiN/CrN) x 3) a 500x de magnificación (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 9.4 N, b) inicio del desprendimiento del material ( $L_{C1}$ ) a 32.27 N, c) propagación de grietas y desprendimiento de material a 60 N, d) pérdida de adhesión ( $L_{C3}$ ) y desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 68.3 N. 136
- 4.19 Micrografía de la huella de rayado en la muestra MT Co-Cr 4 (CrN no-dúplex) a 500x de magnificación (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 5.5 N, b) inicio del desprendimiento del material ( $L_{C1}$ ) a 22.48 N, c) y d) pérdida de adhesión ( $L_{C2}$ ) a 57.4 N y desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 60 N. 137
- 4.20 Micrografía de la huella de rayado en la muestra Co-Cr 5 (multicapas (TiN/CrN) x 3) a 500x de magnificación (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 7.96 N, b) inicio del desprendimiento del material ( $L_{C1}$ ) a 12.90 N, c) pérdida de adhesión ( $L_{C3}$ ) a 55.0 N y d) desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 58.5 N. 139
- 4.21 Micrografía de la huella de rayado en la muestra Co-Cr 6 (muestra con recubrimiento DLC) a 500x de magnificación (dirección del rayado: de izquierda a derecha). a) Aparición de la primera grieta ( $L_{C0}$ ) a 3.3 N, b) inicio del desprendimiento del material ( $L_{C1}$ ) y pérdida de adhesión ( $L_{C2}$ ) a 4.8 N y d) desprendimiento total del material ( $L_{C3}$ ) a 18.8 N. 140
- 4.22 Imágenes de MFA de las muestras prototipo: a) Co-Cr sin recubrir, (b) con recubrimiento DLC; con recubrimiento CrN: c) dúplex y d) no-dúplex; con recubrimiento multicapa (TiN/CrN) x 3: e) dúplex y f) no-dúplex. 142

4.23	Micrografía superficial del las muestras prototipo: a) Co-Cr nitrurada iónicamente; Co-Cr recubierta con: b) DLC, c) CrN dúplex, d) multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex, e) CrN no-dúplex y, f) multicapas (TiN/CrN) x 3 no-duplex.	143
4.24	Coefficiente de fricción registrado durante las pruebas de desgaste en una máquina pin-on-disc utilizando esferas de aleación Co-Cr ASTM F75.	145
4.25	Coefficiente de fricción registrado durante las pruebas de desgaste en una máquina pin-on-disc utilizando esferas de alúmina.	146
4.26	Desgaste (pérdida de peso) en discos.	147
4.27	Desgaste (pérdida de peso) en esferas.	149
4.28	Desgaste total (pérdida de peso en discos y esferas).	149
4.29	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr sin tratar magnificada: a) 50x y b) 400x.	150
4.30	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr nitrurada magnificada a: a) 50x y b) 200x.	151
4.31	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con CrN no-dúplex magnificada a: a) 50x y b) 100x.	151
4.32	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con CrN dúplex magnificada a: a) 50x, b) 200x, c) 50x y d) 700x.	152
4.33	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex magnificada a: a) 50x y b) 400x.	153
4.34	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex magnificada a: a) 50x y b) 200x.	154
4.35	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr sin tratar magnificada a: a) 800x y b) 2500x.	155
4.36	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr nitrurada magnificada a: a) 150x y b) 800x.	155

4.37	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con CrN magnificada a: a) 150x y b) 400x; c) espectro de la composición química del sustrato.	156
4.38	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con CrN dúplex magnificada a: a) 400x y b) 800x.	157
4.39	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 no-dúplex magnificada a: a) 85x y b) 400x.	158
4.40	Micrografía de la huella de desgaste en la muestra de aleación Co-Cr recubierta con el sistema multicapas (TiN/CrN) x 3 dúplex magnificada a: a) 50x y b) 400x.	159
4.41	Curvas de polarización en solución de Ringer obtenidas a una velocidad de barrido de 0.5 mV/s.	159
4.42	Vista superior de las cabezas femorales: a) Co-Cr sin recubrir; recubierta con: b) CrN, c) multicapas (TiN/CrN) x 3 y d) DLC; después de 333 mil ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II.	161
4.43	Vista superior de las cabezas femorales: a) Co-Cr sin recubrir; recubierta con: b) CrN, c) multicapas (TiN/CrN) x 3 y d) DLC; después de 667 mil ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II.	161
4.44	Vista superior de las cabezas femorales: a) Co-Cr sin recubrir; recubierta con: b) CrN, c) multicapas (TiN/CrN) x 3 y d) DLC; después de un millón de ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II.	161
4.45	Desgaste volumétrico total pares tribológicos después de ser evaluadas a 2 millones de ciclos en el simulador de cadera FIME II.	163
4.46	Desgaste volumétrico en cabezas femorales.	164
4.47	Desgaste volumétrico de copas acetabulares.	165
4.48	Micrografía del par tribológico Metal-Metal después de un millón de ciclos de prueba mostrando la cabeza femoral: a) magnificada a	166

- 200x, b) análisis cualitativo de la composición química de la película de proteínas adherida y; copa acetabular magnificada a: c) 100x y d) 1000x.
- 4.49 Micrografía del par tribológico CrN-metal después de un millón de ciclos de prueba mostrando la cabeza femoral magnificada a: a) 50x y b) 500x; y la copa acetabular magnificada a: c) 200x y d) 1000x. 167
- 4.50 Micrografía del par tribológico multicapas-metal después de un millón de ciclos de prueba mostrando: a) la cabeza femoral magnificada a 200x, b) análisis cualitativo de la película adherida; y la copa acetabular magnificada a: c) 200x y d) 1000x. 168
- 4.51 Micrografía del par tribológico DLC-Metal después de un millón de ciclos de prueba en el simulador de cadera FIME II mostrando la cabeza femoral magnificada a: a) 1000x y b) 1500x; y la copa acetabular magnificada a: c) 200x y d) 1000x. 170
- 5.1 Microscopía de fuerza atómica de muestras de aleación Co-Cr: a) antes y b) después del proceso de nitruración iónica. 174
- 5.2 Patrones de difracción de rayos X obtenidos para las muestras de aleación Co-Cr: a) sin nitrurar y b) después del proceso de nitruración iónica. 175
- 5.3 Microscopía de fuerza atómica de las muestras recubiertas con el sistema multicapas TiN/CrN: a) antes y b) después del proceso de pulido. 178
- 5.4 Ilustración del modelo de desgaste propuesto para los recubrimientos: monocapa (izquierda) y multicapas (derecha) [22-23]. 183
- 5.5 Recubrimiento multicapas (TiN/CrN)<sub>3</sub> dúplex mostrando: a) picaduras después de las pruebas electroquímicas magnificada a 250x y; b) morfología de la capa compuesta dentro de la picadura magnificada a 800x. 186

# ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla</b>	<b>Descripción</b>	<b>Página</b>
2.1	Propiedades mecánicas y valor de rugosidad de materiales utilizados en prótesis de cadera: Modulo de Young (E), relación de Poisson ( $\nu$ ), valor de rugosidad promedio (Ra).	11
2.2	Valores comunes de Ra para superficies de implantes ortopédicos obtenidos mediante diferentes procesos de producción.	13
2.3	Resumen de valores de Ra para varios tipos de superficies utilizados actualmente en prótesis de cadera y su rugosidad compuestas.	14
2.4	Coefficientes de fricción para materiales en contacto seco en presencia de aire.	15
2.5	Factores de fricción comunes en varios pares tribológicos de implantes de cadera.	18
2.6	Factores de fricción presentes en reemplazos de cadera lubricados con suero bovino.	19
2.7	Carburos, nitruros, óxidos y boruros empleados para mejorar la resistencia al desgaste y la corrosión.	43
2.8	Compuestos utilizados como recubrimientos para aplicaciones tribológicas.	44
3.1	Composición química de las aleaciones base cobalto utilizadas en el presente proyecto.	49
3.2	Grupos de muestras organizados de acuerdo a la condición superficial.	72
3.3	Muestras utilizadas durante la experimentación.	73
3.4	Muestras de los grupos A, B y C sometidas al proceso de nitruración iónica.	74
3.5	Muestras de los B y D sometidas al proceso de nitruración iónica.	76
3.6	Muestras de los grupos C y E sometidas al proceso de nitruración iónica.	78

3.7	Resumen de muestras obtenidas después de los tratamientos superficiales.	82
3.8	Muestras recubiertas con DLC	83
3.9	Cargas críticas correspondientes los diferentes tipos de falla durante la prueba de adhesión.	89
3.10	Diseño experimental para pruebas pin-on-disc.	93
3.11	Muestras prototipo utilizadas durante las pruebas tribológicas en el simulador de cadera.	96
4.1	Propiedades mecánicas de las diferentes muestras nitruradas.	121
4.2	Propiedades mecánicas de las diferentes condiciones superficiales.	127
4.3	Cargas críticas correspondientes a los diferentes modos de falla presentes durante la prueba de rayado en cada una de las condiciones obtenidas.	132
4.4	Parámetro de rugosidad Ra de las muestras prototipo (cabezas femorales).	141
4.5	Caracterización dimensional de los pares tribológicos formados con las muestras prototipo utilizadas en las pruebas tribológicas.	144
4.6	Datos obtenidos de las pruebas de polarización potenciodinámica en solución de Ringer.	160
4.7	Torques de fricción para el contacto de las muestras prototipo.	162
5.1	Propiedades mecánicas de las diferentes condiciones superficiales mostrando la relación H/E.	179
5.2	Composición química (% en peso) de la capa compuesta la muestra de Co-Cr nitrurada antes y después de las pruebas de polarización potenciodinámica.	185

# **APÉNDICE A1**

**Programa “AegdDX\_FLT\_1” para proceso de nitruración iónica y  
diagrama de proceso**

Comment:

Aegd

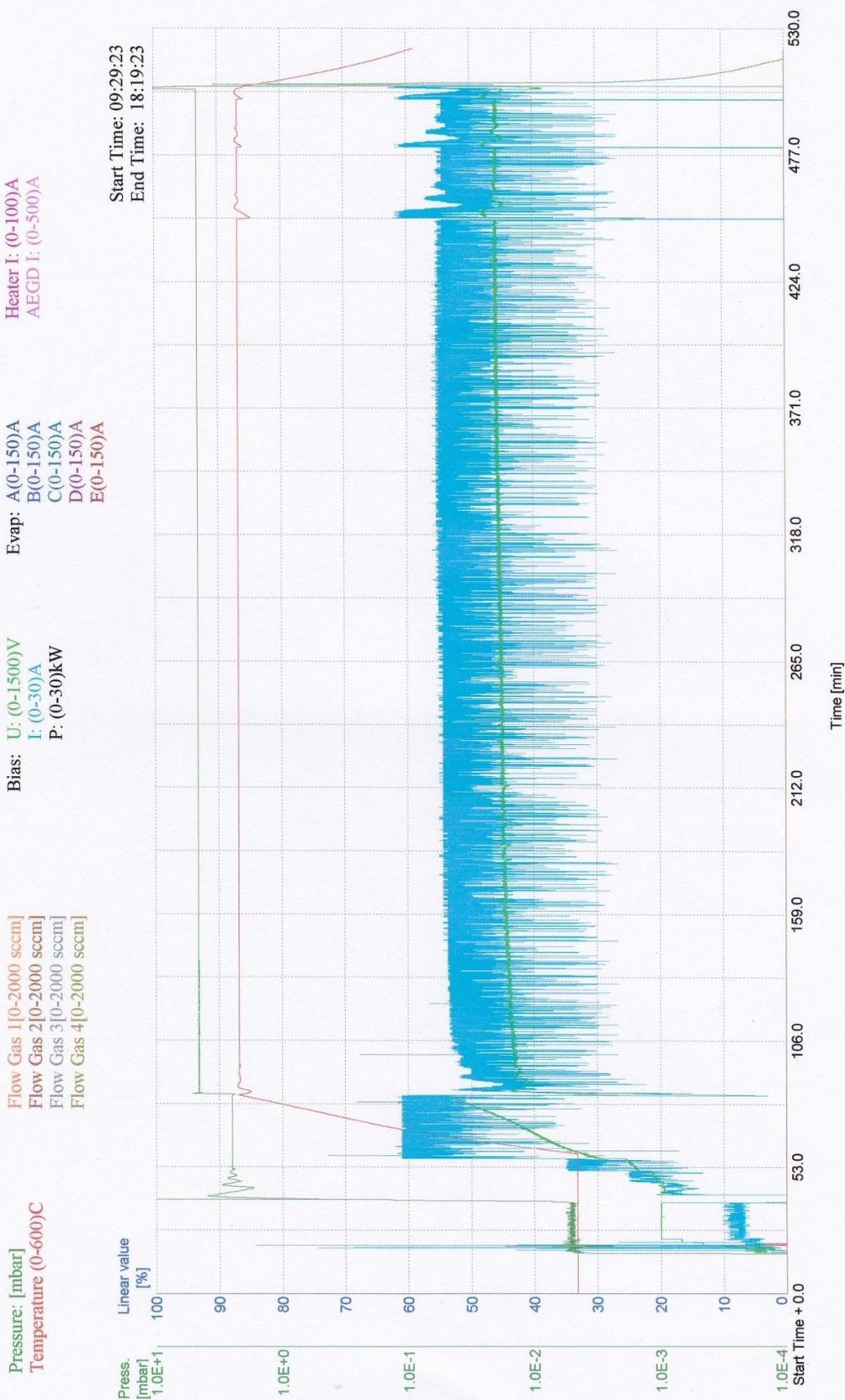
Gas Setup: Gas 1: Ar Gas 2: N<sub>2</sub> Gas 3: C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> Gas 4: H<sub>2</sub>

No.	Switch Condition	Alarm Condition	Control Values	Gas Values [sccm] Gas1 Gas2 Gas3 Gas4	Bias Values [V] [A] [kHz] [%]	AEGD[A]	Curr. of Evap.[A] A B C D E	Pump Menu	Water	Motor [rpm]	IR Heater
001	Press.: <2.0E-4 mbar	Time: 00:45:00 h:m:s						Vacuum	Warm	Off	Off
002	Press.: <2.0E-5 mbar	Time: 01:00:00 h:m:s						Vacuum	Cold	Off	Off
003	Time: 00:01:00 h:m:s	Press.: 2.0E-4 mbar						Stand by	Cold	Off	Off
004	Press.: <2.0E-5 mbar							Vacuum	Cold	Off	Off
005	Time: 01:00:00 h:m:s							Vacuum	Cold	< 1.5	Off
006	Time: 00:00:30 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500				Vacuum	Cold	< 1.5	Off
007	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	50 20	10	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
008	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	75 20	10	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
009	Time: 00:00:06 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	100 20	10	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
010	Time: 00:00:06 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	50 20	10	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
011	Time: 00:00:06 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	50 20	25	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
012	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	75 20	25	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
013	Time: 00:00:06 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	100 20	25	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
014	Time: 00:00:06 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	50 20	25	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
015	Time: 00:00:06 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	50 20	50	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
016	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	75 20	50	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
017	Time: 00:00:06 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	100 20	50	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
018	Time: 00:00:06 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	50 20	50	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
019	Time: 00:00:06 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	50 20	75	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
020	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	100 20	75	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
021	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	125 20	50	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
022	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	100 20	75	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
023	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	150 20	50	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
024	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	125 20	75	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
025	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	175 20	75	70	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
026	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	200 20	100	75	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
027	Time: 00:00:24 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	200 20	75	75	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
028	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	200 20	100	75	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
029	Time: 00:00:24 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	200 20	75	75	Vacuum	Cold	< 1.5	Off

No.	Switch Condition	Alarm Condition	Control Values	Gas Values [sccm] Gas1 Gas2 Gas3 Gas4	Bias Values [V] [A] [kHz] [%]	AEGD[A]	Curr. of Evap.[A] A B C D E	Pump Menu	Water	Motor [rpm]	IR Heater
030	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	250 20	100	75	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
031	Time: 00:00:24 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	250 20	75	75	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
032	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	250 20	100	75	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
033	Time: 00:00:24 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	250 20	75	75	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
034	Time: 00:00:12 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	250 20	100	80	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
035	Time: 00:00:24 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	300 20	75	80	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
036	Time: 00:15:00 h:m:s		Press.: 5.0E-3 mbar	500	300 20	100	80	Vacuum	Cold	< 1.5	Off
037	Time: 00:00:30 h:m:s					Off		Stand by	Cold	Off	Off
038	Press.: >5.0E-1 mbar			200		Off		Stand by	Cold	Off	Off
039	Time: 00:02:00 h:m:s		Press.: 2.5E+0 mbar	200		Off		Process LVac	Cold	Off	Off
040	Temperature: 520 C Time: 00:05:00 h:m:s		Press.: 2.5E+0 mbar	200	1000 5 2.0 95	Off		Process LVac	Cold	Off	Off
041	Temperature: 520 C Time: 00:05:00 h:m:s		Press.: 2.5E+0 mbar	200	1000 7 2.0 95	Off		Process LVac	Cold	Off	Off
042	Temperature: 520 C Time: 00:05:00 h:m:s		Press.: 2.5E+0 mbar	200	1000 10 2.0 95	Off		Process LVac	Cold	Off	Off
043	Temperature: 520 C		Press.: 2.5E+0 mbar	200	1000 18 2.0 95	Off		Process LVac	Cold	Off	Off
044	Time: 07:02:00 h:m:s		Press.: 2.5E+0 mbar Temperature: 520 C	200	1000 18 2.0 95	Off		Process LVac	Cold	Off	Off
045	Time: 00:00:30 h:m:s					Off		Process LVac	Cold	Off	Off
046	Time: 03:00:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	Off	Off

# PROGRAM NAME: AegddX\_FLT\_1

Results with 28 styczeń 2009



# **APÉNDICE A2**

**Programa “CrN CoCr” para proceso de recubrimiento con  
CrN por PAPVD y diagrama de proceso**

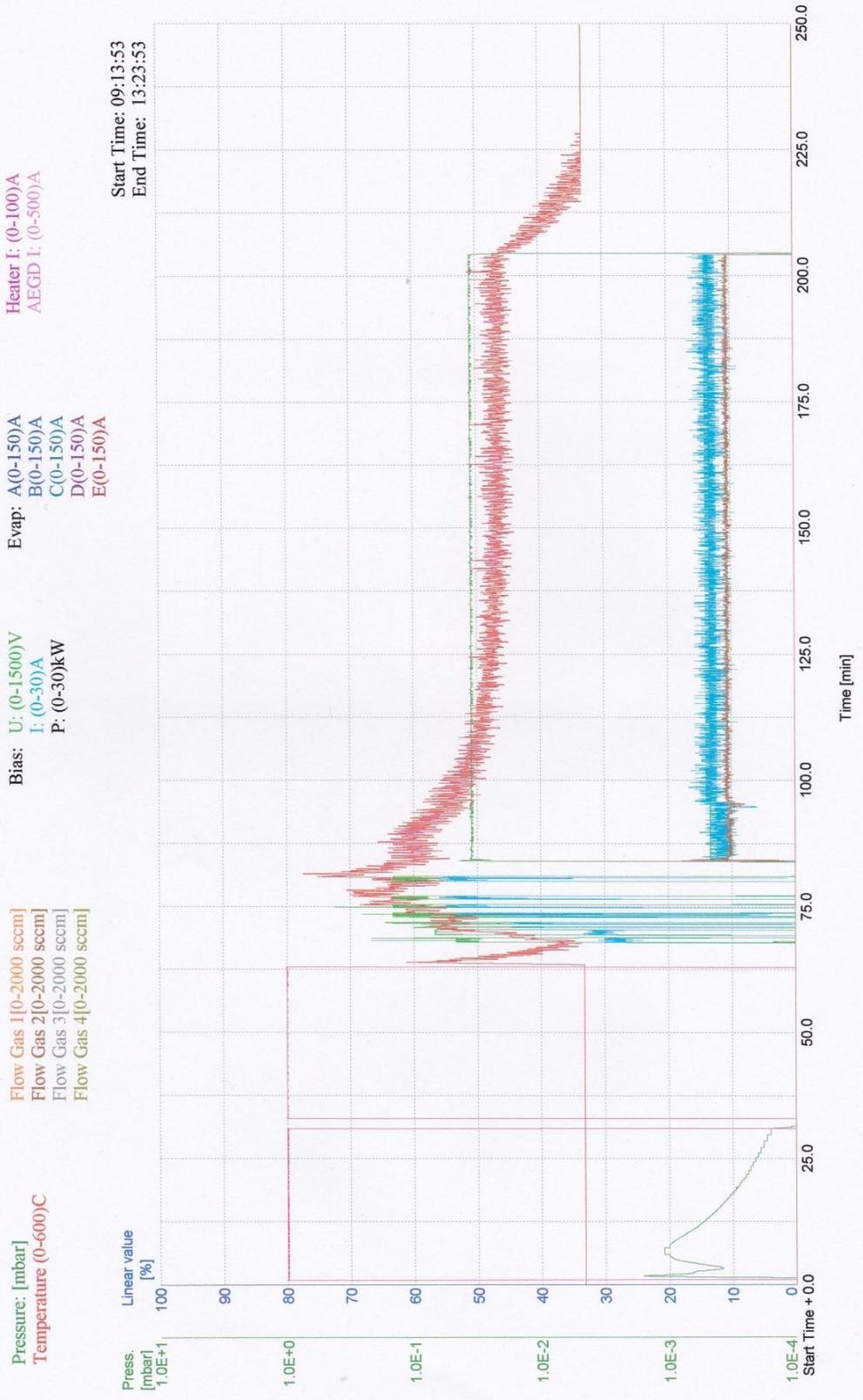
Comment:

Gas Setup: Gas 1: Ar Gas 2: N<sub>2</sub> Gas 3: C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> Gas 4: H<sub>2</sub>

No.	Switch Condition	Alarm Condition	Control Values	Gas Values [sccm] Gas1 Gas2 Gas3 Gas4	Bias Values [V] [A] [kHz] [%]	AEGD[A]	Curr. of Evap.[A] A B C D E	Pump Menu	Water	Motor [rpm]	IR Heater
001	Press.: <2.0E-4 mbar	Time: 00:30:00 h:m:s				Off		Vacuum	Warm	Off	Off
002	Press.: <2.0E-5 mbar	Time: 01:00:00 h:m:s				Off		Vacuum	Cold	Off	Off
003	Time: 00:01:00 h:m:s	Press.: 2.0E-4 mbar				Off		Stand by	Cold	Off	Off
004	Press.: <2.0E-5 mbar					Off		Vacuum	Cold	<1.5	Off
005	Time: 00:03:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<1.5	Off
006	Time: 00:30:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<1.5	400
007	Time: 00:02:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<1.5	Off
008	Time: 00:30:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<1.5	400
009	Time: 00:03:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<1.5	Off
010	Time: 00:00:30 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
011	Time: 00:01:00 h:m:s				800 30	Off	75 75 75	Vacuum	Cold	<2.0	Off
012	Time: 00:00:30 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
013	Time: 00:01:00 h:m:s				850 30	Off	80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
014	Time: 00:00:30 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
015	Time: 00:01:00 h:m:s				900 30	Off	80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
016	Time: 00:00:30 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
017	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
018	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
019	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
020	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
021	Time: 00:00:40 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
022	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
023	Time: 00:00:40 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
024	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
025	Time: 00:00:40 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
026	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
027	Time: 00:01:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
028	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
029	Time: 00:00:40 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
030	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off

No.	Switch Condition	Alarm Condition	Control Values	Gas Values [sccm] Gas1 Gas2 Gas3 Gas4	Bias Values [V] [A] [kHz] [%]	AEGD[A]	Curr. of Evap.[A] A B C D E	Pump Menu	Water	Motor [rpm]	IR Heater
031	Time: 00:01:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
032	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off
033	Time: 00:00:40 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
034	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Process HVac	Cold	< 2.0	Off
035	Time: 00:00:15 h:m:s		Press.: 3.5E-2 mbar	600		Off		Process HVac	Cold	< 2.0	Off
036	Time: 02:00:00 h:m:s		Press.: 3.5E-2 mbar	600	200 30	Off	70 70 70 70	Process HVac	Cold	< 2.0	Off
037	Time: 00:00:10 h:m:s					Off		Process HVac	Cold	< 2.0	Off
038	Time: 02:00:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off

**PROGRAM NAME: CrN CoCr**  
Results with 05 luty 2009



# **APÉNDICE A3**

**Programa “CrN-TiNx3 bez AEGD” para proceso de recubrimiento con sistema multicapas TiN/CrN por PAPVD y diagrama de proceso**

Comment:

(CrN-TiN)x3

Gas Setup: Gas 1: Ar Gas 2: N<sub>2</sub> Gas 3: C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> Gas 4: H<sub>2</sub>

No.	Switch Condition	Alarm Condition	Control Values	Gas Values [sccm] Gas1 Gas2 Gas3 Gas4	Bias Values [V] [A] [kHz] [%]	AEGD[A]	Curr. of Evap.[A] A B C D E	Pump Menu	Water	Motor [rpm]	IR Heater
001	Press.: <2.0E-4 mbar	Time: 00:45:00 h:m:s				Off		Vacuum	Warm	Off	Off
002	Press.: <2.0E-5 mbar	Time: 01:00:00 h:m:s				Off		Vacuum	Cold	Off	Off
003	Time: 00:01:00 h:m:s	Press.: 2.0E-4 mbar				Off		Stand by	Cold	Off	Off
004	Press.: <2.0E-5 mbar					Off		Vacuum	Cold	Off	Off
005	Time: 00:03:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 1.5	Off
006	Time: 01:00:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 1.5	400
007	Time: 00:03:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 1.5	Off
008	Time: 00:30:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 1.5	400
009	Time: 00:03:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 1.5	Off
010	Time: 00:01:00 h:m:s				800 30	Off	75 75 75	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
011	Time: 00:00:30 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off
012	Time: 00:02:00 h:m:s				800 30	Off	75 75 75	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
013	Time: 00:00:30 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off
014	Time: 00:01:30 h:m:s				850 30	Off	80 80 80	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
015	Time: 00:00:30 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off
016	Time: 00:01:00 h:m:s				900 30	Off	80 80 80 80	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
017	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off
018	Time: 00:01:30 h:m:s				950 30	Off	80 80 80	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
019	Time: 00:00:40 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off
020	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
021	Time: 00:00:40 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off
022	Time: 00:01:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
023	Time: 00:00:40 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off
024	Time: 00:01:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
025	Time: 00:00:40 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off
026	Time: 00:01:30 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
027	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off
028	Time: 00:01:30 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80	Vacuum	Cold	< 2.0	Off
029	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	< 2.0	Off

No.	Switch Condition	Alarm Condition	Control Values	Gas Values [sccm] Gas1 Gas2 Gas3 Gas4	Bias Values [V] [A] [kHz] [%]	AEGD[A]	Curr. of Evap.[A] A B C D E	Pump Menu	Water	Motor [rpm]	IR Heater
030	Time: 00:01:30 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
031	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
032	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
033	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
034	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
035	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
036	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
037	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
038	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
039	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
040	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
041	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
042	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
043	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
044	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
045	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
046	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
047	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
048	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
049	Time: 00:01:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
050	Time: 00:02:00 h:m:s				950 30	Off	80 80 80 80 80	Vacuum	Cold	<2.0	Off
051	Time: 00:00:45 h:m:s					Off		Process HVvac	Cold	<2.0	Off
052	Time: 00:00:15 h:m:s		Press.: 3.5E-2 mbar	600		Off		Process HVvac	Cold	<2.0	Off
053	Time: 00:30:00 h:m:s		Press.: 3.5E-2 mbar	600	200 20	Off	80 80	Process HVvac	Cold	<2.0	Off
054	Time: 00:30:00 h:m:s		Press.: 1.2E-2 mbar	600	200 20	Off	80 80	Process HVvac	Cold	<2.0	Off
055	Time: 00:30:00 h:m:s		Press.: 3.5E-2 mbar	600	200 20	Off	80 80	Process HVvac	Cold	<2.0	Off
056	Time: 00:30:00 h:m:s		Press.: 1.2E-2 mbar	600	200 20	Off	80 80	Process HVvac	Cold	<2.0	Off
057	Time: 00:30:00 h:m:s		Press.: 3.5E-2 mbar	600	200 20	Off	80 80	Process HVvac	Cold	<2.0	Off
058	Time: 00:30:00 h:m:s		Press.: 1.2E-2 mbar	600	200 20	Off	80 80	Process HVvac	Cold	<2.0	Off
059	Time: 02:00:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	<2.0	Off
060	Time: 01:00:00 h:m:s					Off		Vacuum	Cold	Off	Off

**PROGRAM NAME: CrN-TiNx3 bez AEGD**

Results with 06 luty 2009

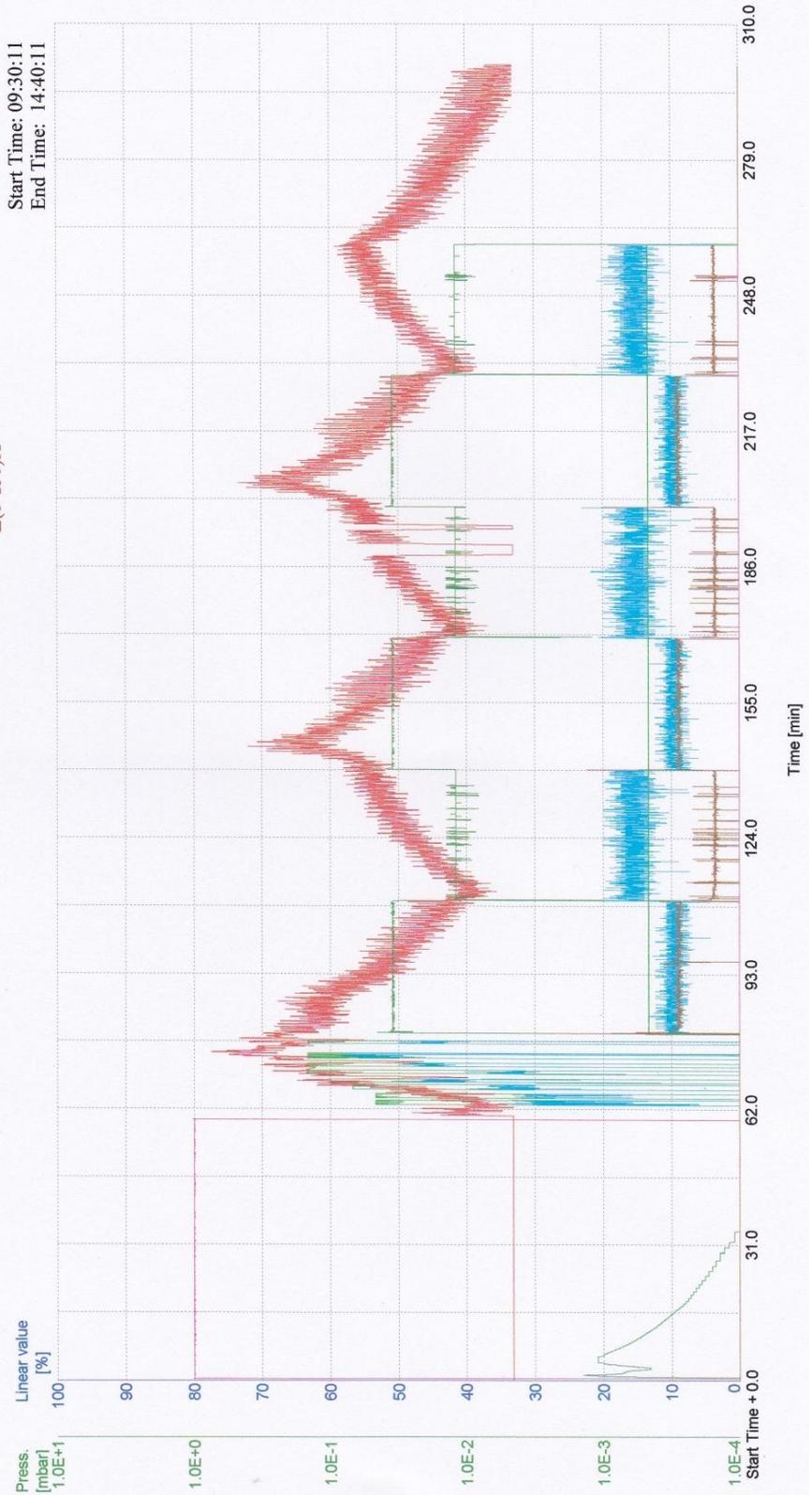
Pressure: [mbar]  
Temperature (0-600)C

Flow Gas 1 [0-2000 sccm]  
Flow Gas 2 [0-2000 sccm]  
Flow Gas 3 [0-2000 sccm]  
Flow Gas 4 [0-2000 sccm]

Bias: U: (0-1500)V  
I: (0-30)A  
P: (0-30)kW

Evap: A(0-150)A  
B(0-150)A  
C(0-150)A  
D(0-150)A  
E(0-150)A

Heater I: (0-100)A  
AEGD I: (0-500)A



**APÉNDICE A4**  
**PROCEDIMIENTO PARA PRUEBAS TRIBOLOGICAS**  
**EN MAQUINA “PIN-ON-DISC”**

	<b>UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN</b> FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA	
<b>PROCEDIMIENTO PARA PRUEBAS          TRIBOLÓGICAS EN MAQUINA “PIN-ON-DISC”</b>		

**Condiciones de Prueba**
**Prueba No**

Nombre de Muestra	(TiN/CrN)x3 M2U	Fecha	
Nombre del Pin	Pin 1 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Velocidad (RPM)	219
Notas del Pin		Potencia del motor	50 %
Material del disco	(TiN/CrN)x3	No. de Rev. totales	100,000 Rev.
Radio de la pista (cm)	0.60	Mediciones c/ No. Rev.	2,500 Rev.
Lubricante	Sol. Ringer's	Mediciones c/ m	94.25
Carga (N)	40	Mediciones c/ seg.	684.93 seg
Tiempo Total	7hrs 37 min	Mediciones c/ min.	11.42 min (22min en rep)

**Resultados**

	Antes de la prueba	Después de la prueba	Diferencia
Masa del pin (g)			
Masa del disco (g)			

No.	Hora	No. Rev.	Metros	Fuerza Tang. Ft (N)	COF
0		0	0		
1		5,000	188.50		
2		10,000	377.00		
3		15,000	565.50		
4		20,000	754.00		
5		25,000	942.50		
16		80,000	3,016.00		
17		85,000	3,204.50		
18		90,000	3,393.00		
19		95,000	3,581.50		
20		100,000	3,770.00		

**APÉNDICE A5**  
**Patente**  
**“SIMULADOR DE CADERA CON MICROSEPARACIÓN”**



# UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN  OFICINA DEL ABOGADO GENERAL

Oficio No. OAG-1200/2010

**DR. JESÚS ANCER RODRÍGUEZ**  
**RECTOR DE LA U.A.N.L.**  
**PRESENTE.-**

Por medio del presente oficio, es de nuestro beneplácito comunicarle que en fecha 16 de Abril del presente año, el Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial (IMPI) notificó a esta Oficina del Abogado General el título de registro de modelo de utilidad con número 2,174, respecto al trabajo de investigación denominado "SIMULADOR DE CADERA CON MICROSEPARACIÓN", mismo que fue desarrollado por el DR. ALBERTO JAVIER PÉREZ UNZUETA, DR. MARCO ANTONIO LOUDOVIC HERNÁNDEZ RODRÍGUEZ Y M.C. JAVIER ALONSO ORTEGA SÁENZ, todos ellos adscritos a Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la UANL, el cual fue solicitado en fecha 22 de Mayo de 2008 por esta Oficina a mi cargo en coordinación con el Centro de Incubación de Empresas y Transferencia de Tecnología (CIETT). Dicho registro cuenta con una vigencia de 10 años contados a partir de la fecha de presentación de la solicitud, por lo que la UANL cuenta con la exclusividad para su desarrollo y explotación en este país.

En consecuencia, tanto la Secretaría de Desarrollo Económico de nuestra Institución como el CIETT, a partir de este momento cuentan con la firme sustentación para promover la TRANSFERENCIA DE TECNOLOGÍA de este modelo de utilidad, y así apoyar la innovación tecnológica generada por investigadores y trabajadores de la UANL en beneficio del sector productivo de la sociedad, basado en las políticas de la Visión UANL 2012.

Quedo a sus órdenes para cualquier duda o comentario.

Atentamente,  
*Alere flammam veritatis*  
Cd. Universitaria, a 16 de Abril de 2010  
EL ABOGADO GENERAL

 **CIETT - UANL**  
CENTRO DE INCUBACION DE EMPRESAS  
Y TRANSFERENCIA DE TECNOLOGIA

**RECIBIDO**  
23 ABR 2010  
Delsu

LIC. JAIME GUTIÉRREZ ARGÜELLES

  
OFICINA DEL ABOGADO GENERAL  
UANL

c.c.p. Ing. Rogelio G. Garza Rivera/ Secretario General de la UANL  
c.c.p. Dr. Ubaldo Ortiz Méndez/ Secretario Académico de la UANL  
c.c.p. D.A. Carmen del Rosario de la Fuente García/ Secretaria de Desarrollo Económico de la UANL.  
c.c.p. Dr. Ricardo Alberto Gómez Flores/ Director del CIETT de la UANL.  
c.c.p. M.C. Esteban Bbez Villarreal/ Director de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la UANL.  
c.c.p. Dr. Alberto Javier Pérez Unzueta/ Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la UANL.  
c.c.p. Dr. Marco Antonio Loudovic Hernández Rodríguez/ Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la UANL.  
c.c.p. M.C. Javier Alonso Ortega Sáenz/ Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la UANL.  
c.c.p. Archivo  
M.C. VITE/ Lic. Brenda Villarreal

Torre de Rectoría 4º piso, Ciudad Universitaria, C.P. 66451  
San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México  
Tel.: (81) 8329 4021 / Fax (81) 8329 4021, ext. 5099  
[www.uanl.mx/org/abogral/index.html](http://www.uanl.mx/org/abogral/index.html)

Julia J. Mufeda Caspar  
03/04/10

**TÍTULO DE REGISTRO  
DE MODELO DE UTILIDAD NO. 2174**

**Titular(es):** UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN  
**Domicilio(s):** Av. Pedro de Alba s/n, Torre de Rectoría, Ciudad Universitaria, 66451, San Nicolás de los Garza, Nuevo León, MEXICO  
**Denominación:** SIMULADOR DE CADENA CON MICROSEPARACIÓN  
**Clasificación:** INT. CL. E: G09B23/28  
**Investor(es):** ALBERTO JAVIER PÉREZ UNZUETA, MARCO ANTONIO LEJUEVIC HERNÁNDEZ RODRÍGUEZ, JAVIER ALONSO ORTEGA SAENZ

<b>SOLICITUD</b>		
<b>Número:</b>	<b>Fecha de presentación:</b>	<b>Horas:</b>
MX/2008/000158	22 de mayo de 2008	09:08
<b>PRIORIDAD</b>		
<b>País:</b>	<b>Fecha:</b>	<b>Número:</b>

ESTE REGISTRO CONCEDE A SU TITULAR EL DERECHO EXCLUSIVO DE EXPLOTACIÓN DEL MODELO DE UTILIDAD RECLAMADO EN EL CAPÍTULO REVINDICATORIO Y TIENE UNA VIGENCIA IMPRORRÓGABLE DE DIEZ AÑOS CONTADOS A PARTIR DE LA FECHA DE PRESENTACIÓN DE LA SOLICITUD, QUE ESTARÁ SUJETA AL PAGO DE LA TARIFA CORRESPONDIENTE.



Fecha de expedición: 27 de enero de 2010

EL DIRECTOR DIVISIONAL DE PATENTES

QUÍM. FABIAN R. SALAZAR GARCÍA



**APÉNDICE A6**  
**PROCEDIMIENTO PARA PRUEBAS TRIBOLOGICAS**  
**EN SIMULADOR DE CADERA FIME II**



**UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON**  
**FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA**  
**PROCEDIMIENTO PARA PRUEBAS TRIBOLOGICAS**  
**EN SIMULADOR DE CADERA FIME II**



**Prueba No.**

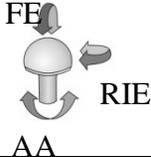
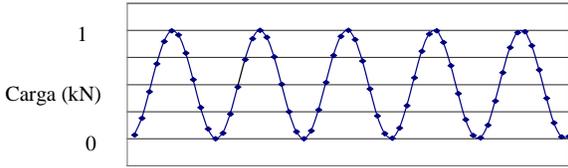
**Ciclos**

Ciclos Totales	333,000	Ciclos por día	122,400 (24hrs)
Fecha de Inicio		Fecha de Paro	
Hora de Inicio		Hora de Paro	

**Muestras**

Estación	No. de Esfera	No. de Copa	Cond. Superficial	Huelgo (mm)
1				
2				
3				
4				

**Condiciones de Prueba**

Movimientos			Carga			
FE	46° (+/-23°)		Fmax (kN)	1	Fmin (kN)	0
AA	46° (+/-23°)					
RIE	15° (+/-7.5°)					
Velocidad						
Frecuencia (Hz)	1.42					
RPM's	85					
Lubricante	Suero Bovino al 25%	<b>150 ml x estacion</b>				

**Setup (Condiciones antes de iniciar)**

<b>Programa</b>	Paul lento a ____ v .lvm	
<b>Motor</b>	<b>Fmax</b>	<b>Fmin</b>
Encendido		
Apagado		
<b>Refill de lubricante</b>	<b>ON (seg)</b>	<b>OFF (seg)</b>
Tiempo		

**Bitacora**

No.	Fecha	Hora	Ciclos	Nivel de Lub.(ml)	Fmax (kN)	Temp (°C)
1						
2						
3						
4						