



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE INGENIERÍA

**CARACTERIZACIÓN MEDIANTE PRUEBAS DE
TENSIÓN, RELAJACIÓN DE ESFUERZOS Y
TENACIDAD DEL UHMWPE**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO MECÁNICO**

P R E S E N T A:

OSWALDO HERNÁNDEZ GÓMEZ

DIRECTOR DE TESIS

M. en I. EDGAR ISAAC RAMÍREZ DÍAZ



CD. UNIVERSITARIA

2015

Dedicatoria

A mi madre por su infinito cariño, amor y atención que me ha dado, por dedicarme su tiempo e innumerables noches de desvelo por cuidarme desde que era pequeño, por haberme escuchado durante la aventura de este trabajo y apoyarme cuando más lo necesitaba y siempre darme ánimos.

Mi padre, por enseñarme tantas cosas de la vida, estar siempre cuando más lo necesitaba, por apoyarme siempre en todos los trabajos, proyectos de la escuela, por hacer posible lo que parecía imposible para mí, y siempre sobresalir y ser el mejor trabajo, gracias.

A mis hermanos, Beto, Oscar y César, que me apoyaban cuando desde la secundaria en donde no entendía las fracciones, las ecuaciones o los problemas de física, y que con su sabiduría siempre sabían orientarme respecto a la escuela y al trabajo.

A mi abuelo por acordarse siempre de mí, estar siempre orgulloso de sus nietos y por esperar este día (que aún falta el de Beto).

A Elisa, por haberme cambiado la vida, por hacerme ver las cosas desde otro punto de vista, por hacerme reflexionar en cada momento adverso, por darme mucho ánimo y también escucharme en el desarrollo de este trabajo y por su amor de cada día.

A Carol Almendra, quien a pesar de las múltiples distracciones que me ocasionaba y que por ella se aplazó la entrega de este trabajo, me alegraba las tardes, me cae bien y esta chistosa (por no decir que la quiero).

A toda mi familia que siempre estuvo al pendiente de mí.

Agradecimientos

A la Universidad Nacional Autónoma de México por brindarme los estudios y habilidades necesarios para mi desarrollo personal y profesional, y a los profesores que dejaron alguna reflexión en tan difícil alumno.

A mi asesor de tesis el M. en I. Edgar Isaac Ramírez Díaz por su amistad, apoyo y asesoría en el desarrollo de esta tesis.

A mis sinodales el Dr. Armando Ortiz Prado, el M. en I. Osvaldo Ruiz Cervantes, el M. en I. Efraín Ramos Trejo, el M. en I. Ignacio Cueva Güitrón por sus valiosas aportaciones, comentarios y recomendaciones.

Al M. en I. Ignacio Cueva Güitrón por su amistad, apoyo y asesoría en el maquinado de las probetas.

Al M. en I. Osvaldo Ruiz Cervantes, al M. en I. Efraín Ramos Trejo y al Ing. Adolfo Altamirano Meza por el apoyo en los aspectos técnicos de este trabajo, y las pruebas mecánicas realizadas.

Prólogo

Debido a la calidad de vida y otros factores como el tipo de alimentación y la falta de actividad física, se presenta un incremento en enfermedades crónicas degenerativas que afectan la salud y bienestar en el ser humano, razón por la cual este se ha visto en la necesidad de llevar a cabo la investigación de propiedades mecánicas de biomateriales y así tener la capacidad y habilidades para el desarrollo de prótesis ortopédicas.

El polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) es el único polímero con excepcionales propiedades físicas y mecánicas. Las más notables son su lubricidad, resistencia al impacto, resistencia a la abrasión y que es inerte. Estas características han sido explotadas desde la década de 1950 en una amplia variedad de aplicaciones industriales como son, maquinaria textil, revestimientos para camiones de volteo y buques, líneas de producción, etc.

En los últimos 45 años el UHMWPE también ha sido usado en la ortopedia como material de prótesis, cada año, alrededor del mundo son realizados cerca de 2 millones de reemplazo de articulaciones, y la mayoría de estos utilizan UHMWPE. A pesar del éxito de este proceso restaurativo, estos implantes ortopédicos tienen un limitado tiempo de vida, ya que el desgaste y daño en los componentes han sido históricamente factores limitantes en la longevidad del implante. En los últimos 10 años, el UHMWPE altamente reticulado ha mostrado dramáticas reducciones en el desgaste, dado que el bloque de polietileno es expuesto a radiación el cual forma enlaces químicos entre las cadenas poliméricas. Varias técnicas analíticas han sido desarrolladas para evaluar si el material ha sido expuesto a radiación suficiente para mejorar las propiedades del UHMWPE y al mismo tiempo garantizar que otras propiedades no disminuyan su valor.

Al hacer una revisión de las propiedades mecánicas del UHMWPE que han sido reportadas en la literatura, se observan de manera general resultados similares, ya sea virgen o altamente reticulado.

El objetivo de esta tesis es investigar las propiedades mecánicas de un UHMWPE comercial con la finalidad de tener un banco de información sobre su comportamiento mecánico para a futuro implementarlo en modelos de prótesis en paquetería de elemento finito para contribuir con la investigación del desarrollo de prótesis ortopédicas y ayudando con proyectos orientados al comportamiento mecánico del material y compararlas con los resultados obtenidos en la literatura.

La ASTM (American Society for Testing Materials) cuenta con normas para el desarrollo de las pruebas mecánicas, por lo que las pruebas realizadas en esta trabajo están basadas en ella además del análisis de las metodologías utilizadas en la literatura.

Se trabajará con muestras obtenidas de una placa de UHMWPE Tivar® 1000, a continuación se hace una breve descripción de los capítulos que conforman este trabajo y el contenido de los mismos:

El capítulo 1, consiste en una revisión sobre la historia de la implementación del UHMWPE en la ortopedia, la estructura química del polietileno, así como los métodos de síntesis a partir del gas etileno. También se resumen las formas de empaquetado y esterilizado de las prótesis de UHMWPE, por último se expone el comportamiento y propiedades mecánicas generales obtenidas a partir de trabajos de diversos autores a lo largo de los años.

La investigación de los trabajos realizados a lo largo de los años, sirvió de punto de partida para el análisis de resultados y así tener una base sobre estos mismos.

En el capítulo 2, se explican los requerimientos del material que debe cumplir para su uso en el área ortopédica, también se explica la teoría y fundamentos de cada una de las pruebas realizadas en este trabajo, así como las normas de la ASTM que las respaldan. Por último se explican las pruebas para evaluar el comportamiento viscoelástico.

En el capítulo 3, se presenta la metodología experimental utilizada en las pruebas de tensión, relajación de esfuerzos, integral J y tenacidad a la fractura que son las pruebas que se eligieron para este trabajo, así como el análisis de resultados correspondiente a cada prueba. Aquí se justifican los valores utilizados que intervienen en cada una de las pruebas, el número de especímenes que se evaluaron además de un análisis profundo de los datos recopilados durante la parte experimental presentando gráficas esfuerzo vs deformación, esfuerzo vs tiempo, donde se muestra de manera general el comportamiento mecánico del UHMWPE.

Finalmente, en el capítulo 4, se presentan las conclusiones generales a las que se llegan con los experimentos realizados.

OSWALDO HERNÁNDEZ GÓMEZ

ÍNDICE

Capítulo 1. Introducción al UHMWPE en aplicaciones biomédicas

1.1 Historia del UHMWPE	1
1.2 Generalidades del UHMWPE	3
1.2.1 Cristalinidad	6
1.2.2 Transición térmica	7
1.3 Métodos de Síntesis del UHMWPE a partir de gas etileno	9
1.3.1 Polimerización: Polvo de resina de UHMWPE a partir de gas etileno	9
1.3.2 Resinas GUR	10
1.4 Conversión de polvo de resina a forma sólida del UHMWPE	12
1.5 Maquinado: De forma sólida a forma de implante	13
1.6 Empaquetado y esterilización del UHMWPE	14
1.7 Comportamiento mecánico	14
1.7.1 Modelos para el análisis de relajación de esfuerzos	24

Capítulo 2. Pruebas mecánicas

2.1 Requerimientos del material	26
2.2 Caracterización mecánica del UHMWPE	28
2.2.1 Prueba de la integral J	28
2.2.2 Prueba de tenacidad a la fractura	30
2.2.3 Prueba de tracción	31
2.2.4 Pruebas para evaluar comportamiento viscoelástico	34
2.2.5 Prueba de relajación de esfuerzos	35

Capítulo 3. Metodología de caracterización y análisis de resultados	
3.1 Prueba de tracción	37
3.2 Resultados prueba de tracción	38
3.3 Prueba de relajación de esfuerzos	43
3.4 Resultados prueba de relajación de esfuerzos	43
3.5 Prueba de tenacidad a la fractura	49
3.6 Resultados prueba de tenacidad a la fractura	51
3.7 Prueba de integral J	53
3.8 Resultados prueba de integral J	54
Capítulo 4. Conclusiones	58
Bibliografía	60

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN AL UHMWPE EN APLICACIONES BIOMÉDICAS

1.1 HISTORIA DEL USO DEL UHMWPE

El polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) fue introducido clínicamente en Noviembre de 1962 por Sir John Charnley, usado en la articulación de una cabeza femoral metálica para la artroplastia total de cadera. El UHMWPE ha tenido una importancia notable en las prótesis articulares sobre todo en los últimos 45 años.

La justificación de John Charnley de diseñar una articulación artificial comenzó con una serie de experimentos de fricción en articulaciones de animales y humanos en 1950 (Shikata et al., 1977, Oonishi, 1995). De estos experimentos Charnley concluyó que el buen desempeño de las articulaciones naturales se debe al bajo coeficiente de fricción el cual resulta de las propiedades únicas del tejido del cartílago. Cuando la articulación natural es comprimida, el tejido del cartílago expulsa agua en contacto con las superficies, la cual se convierte en líquido sinovial. La presión del líquido sinovial lleva una película que protege al tejido del cartílago del desgaste durante el caminar u otras actividades de carga.

El material que pareció idealmente adecuado para este propósito fue el politetrafluoroetileno (PTFE), ya que tiene un bajo coeficiente de fricción (0.04-0.05) y además es fácilmente aceptado por tejidos animales debido a su inherencia química.

Con solo unos pocos años, pacientes comenzaron a reportar a Wrightington (hospital de ortopedia en Inglaterra), dolor e inflamación asociada con sus articulaciones artificiales de PTFE. Un examen radiográfico reveló desgaste. Una vez revisadas las articulaciones, se encontró un porcentaje de 100 a 200 ml de caseosa¹ rodeado de un tejido purulento².

Aunque la articulación conjunta fue exitosa en los primeros dos años después de la cirugía, cerca del 99% tuvo que ser modificado en el plazo de 2 a 3 años de implantación debido al desgaste severo y la respuesta inflamatoria provocada por las partículas de desgaste del PTFE.

Después de las fallas en las copas acetabulares de PTFE en uso diario, Charnley experimento con relleno de PTFE y probó en última instancia PTFE con refuerzos de vidrio así como la patente de PTFE relleno producido por Polypenco® bajo el nombre comercial de "Fluorosint" que se muestra en la figura 1.1. Después de fallas clínicas del PTFE relleno, Charnley abandonó los polímeros totalmente a principios de 1962 y comenzó a implantar prótesis Thompson.

¹Caseosa: destrucción o muerte de las células.

²Purulento: líquido espeso de color amarillento o verdoso, segregado por un tejido inflamado.



Figura 1.1. Patente de PTFE relleno bajo el nombre comercial de “Fluorosint” y PTFE con refuerzo de vidrio. (Kurtz, 2009).

En Mayo de 1962 un vendedor Mr. V. C. Binns llegó a Wrightington. Los productos de Binns eran pequeños engranes y cojinetes fabricados con UHMWPE, y le proporcionó a Craven una muestra del material (Waugh, 1990). A pesar de las observaciones negativas de Charnley, Craven decidió hacer en su equipo de desgaste una prueba al UHMWPE.

Aunque los resultados de la prueba de desgaste fueron alentadores, Charnley no hizo ningún implante de UHMWPE para sus pacientes hasta que el estuviera convencido de su biocompatibilidad. Los productos de Binns de UHMWPE fueron comercializados bajo el nombre de RCH-1000. La compañía Alemana que produjo el UHMWPE era conocida como Ruhrchemie®, aunque está más tarde se convirtió en Hoechst®.

Antes de implantar copas acetabulares en pacientes, el implantó el UHMWPE en su propio muslo para tener un control clínico. Los resultados en esta prueba de biocompatibilidad, fueron publicados en *Lancet* en 1963 (Charnley, 1963). Estos resultados convencieron a Charnley de que las partículas de desgaste del UHMWPE eran biocompatibles, mientras que las partículas de PTFE no lo eran. Protegido con esta información, Charnley comenzó a implantar UHMWPE en pacientes durante Noviembre de 1962.

En Japón durante la década de 1970, ocurrieron dos importantes avances en la tecnología, uno fue la introducción de la Alúmina como alternativa de superficie de contacto para el UHMWPE. El segundo avance fue el desarrollo del UHMWPE altamente reticulado (crosslinked) por encima de 1000 kGy (Kilogray) de irradiación gamma en atmósfera de aire. Un similar avance en UHMWPE altamente reticulado, ocurrió en Sudáfrica durante la década de 1970, donde investigadores de la clínica de Praetoria introdujeron UHMWPE a irradiación gamma a 700kGy en atmósfera de acetileno.

Durante la década de 1980, otros dos notables desarrollos ocurrieron en relación con el polietileno en las prótesis articulares. A principios de 1980, Char F. Thackray, comenzó a desarrollar el polietileno de alta densidad (HDPE) moldeado por inyección que podía ser articulado químicamente. Solo 22 de estos implantes fueron producidos e implantados por el Dr. Wroblewski en 1986, donde después de un periodo de uso, estos componentes de HDPE fueron encontrados con velocidades de desgaste muy bajas.

A finales de 1980, entre Ortopedia DePuy® y DuPont® desarrollaron un UHMWPE altamente cristalino distribuido bajo el nombre comercial de Hylamer®. Su historia clínica ha estado envuelta en una controversia, aunque varios centros ortopédicos han reportado un mal desempeño clínico respecto al convencional UHMWPE, otros han experimentado resultados satisfactorios e incluso mejoras. En la tabla 1.1 se muestra un resumen donde investigadores y médicos han intentado en varias ocasiones modificar el UHMWPE para su uso en prótesis articuladas.

Tabla 1.1. Línea del tiempo del desarrollo de UHMWPE para prótesis articuladas. (Kurtz, 2009).

Fecha	Comentario
1958	Charnley desarrollo la técnica de baja fricción artroplástica (LFA). Fabrico implantes usando Teflón (PTFE) como material de contacto (Charnley, 1961)
1962	Charnley adopta UHMWPE para usarlo en su LFA. Los componentes fueron químicamente esterilizados.
1968	El UHMWPE es irradiado con rayos gamma.
1969	El UHMWPE es comercializado con irradiación gamma en atmósfera de aire con una dosis de 2.5 Mrad.
1970	Comercialización del UHMWPE reforzado con fibras de carbono.
1972	Uso de la alúmina contra UHMWPE en Japón.
1980 a 1984	Desarrollo del HDPE reticulado.
1980	Comercialización del Hylamer® por Ortopedia DePuy®.
1998	Introducción clínica del UHMWPE altamente reticulado y térmicamente estable para THA.

1.2 GENERALIDADES DEL UHMWPE

El polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) es un polímero con buenas propiedades físicas y mecánicas. La más notable es su inherencia química, lubricidad, resistencia al impacto y la resistencia a la abrasión. Estas características han sido explotadas desde la década de 1950 en un amplio rango de aplicaciones industriales, incluyendo revestimientos de tolvas y contenedores, bandas de líneas de producción, parachoques y revestimientos de buques. Más del 90% de UHMWPE producido en el mundo se usa para la industria. El polietileno de ultra alto peso molecular usado en aplicaciones de ortopedia, es un tipo de polímero generalmente clasificado como homopolímero lineal.

Desde 1962, el UHMWPE también se ha usado para ortopedia como material para rodamientos en articulaciones artificiales. Cada año, cerca de 1.4 millones de prótesis son desarrolladas alrededor del mundo. A pesar del éxito de estos procedimientos de restauración, implantes de UHMWPE tienen un limitado tiempo de vida (aproximadamente entre 15 y 20 años). El desgaste y daño de los componentes es uno de los factores que limitan la longevidad del implante.

El UHMWPE viene de la familia de los polímeros con una simple composición química, consistiendo solo de hidrógeno y carbono. Sin embargo, la simplicidad inherente en su composición química desmiente una jerarquía más compleja de la estructura organizacional de niveles moleculares y supermoleculares a grandes escalas. A nivel molecular, la cadena principal de carbonos del polietileno puede rotar, girar y doblarse en regiones cristalinas ordenadas. A nivel supermolecular, el UHMWPE consiste en polvo que debe ser consolidado a elevadas temperaturas y presiones para formar un bloque de material.

Un polímero es una molécula que consiste de partículas interconectadas químicamente por enlaces covalentes. Los polímeros pueden ser lineales o ramificados. La tendencia de un polímero a exhibir ramificaciones es gobernada por sus condiciones de síntesis. Por ejemplo, es posible que un copolímero tenga una amplia variedad de elementos subestructurales dando un amplio rango de posibilidades. En la industria los polietilenos, incluyendo el UHMWPE, son regularmente copolimerizados con otros monómeros (por ejemplo el polipropileno) para lograr una mejora en las características o para alterar las propiedades físicas y mecánicas del polímero. Por ejemplo, acorde con ISO 11542, la cual es la norma industrial del UHMWPE, el polímero puede contener una gran concentración de copolímero (arriba del 50%) y todavía ser referido como UHMWPE. Sin embargo, la mayoría de los UHMWPE usados para fabricar implantes de ortopedia son homopolímeros.

El polietileno es un polímero formado de etileno (C_2H_4), el cual es un gas con peso molecular de 28. La fórmula química general del polietileno es $-(C_2H_4)_n-$, donde n es el grado de polimerización. Un esquema de la estructura química del etileno y del polietileno es mostrado en la figura 1.2.

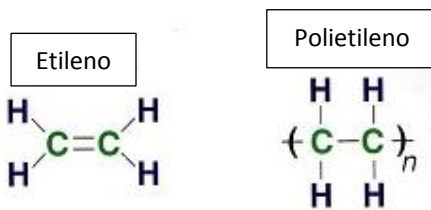


Figura 1.2. Esquema de la estructura química del etileno y del polietileno (Kurtz, 2009).

Para el UHMWPE, la cadena molecular puede consistir en 200,000 unidades de etileno repetidas. Por otro lado la cadena molecular del UHMWPE contiene arriba de 400,000 átomos de carbono (Kurtz, 2009).

Existen varios tipos de polietileno (LDPE, LLDPE, HDPE, UHMWPE), los cuales son sintetizados con diferentes pesos moleculares y estructura de las cadenas. LDPE y LLDPE se refieren a la baja densidad del polietileno y lineal baja densidad, respectivamente. Estos polietilenos generalmente tienen ramificaciones y estructura lineal de su cadena, cada una con peso molecular típicamente menor de 50,000 g/mol.

El HDPE es un polímero lineal con peso molecular arriba de los 200,000 g/mol. El UHMWPE, en comparación tiene un promedio de peso molecular arriba de 6 millones g/mol, de tal forma que no puede medirse directamente, tiene que ser medido a través de su viscosidad intrínseca (IV).

La tabla 1.2 resume las propiedades físicas y mecánicas del HDPE y UHMWPE.

Tabla 1.2. Propiedades físicas del HDPE y del UHMWPE (Kurtz, 2009).

Propiedad	HDPE	UHMWPE
Peso molecular (10^6 g/mol)	0.05-0.25	2-6
Temperatura de fusión ($^{\circ}$ C)	130-137	125-138
Relación de Poisson	0.40	0.46
Gravedad específica	0.952-0.965	0.932-0.945
Módulo de Elasticidad (GPa)	0.4-4	0.8-1.6
Esfuerzo de cedencia (GPa)	26-33	21-28
Esfuerzo a la fractura (GPa)	22-31	39-48
Resistencia al Impacto, Izod (J/m)	21-214	>1070
Grado de Cristalinidad (%)	60-80	39-75

Desde una perspectiva clínica, el UHMWPE es significativamente más resistente a la abrasión y al desgaste que el HDPE. Los siguientes datos de desgaste fueron tomados de una simulación de cadera (Edidin et al., 2000) (figura 1.3). La velocidad de desgaste volumétrico del HDPE es 4.3 veces mayor que la del UHMWPE.

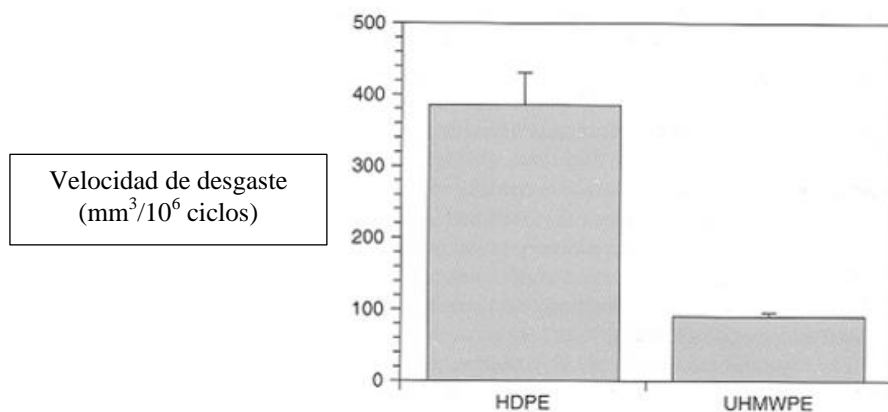


Figura 1.3. Comparativa de las tasas de desgaste del HDPE y del UHMWPE en una simulación de cadera multidireccional (Kurtz, 2009).

1.2.1 CRISTALINIDAD

Se puede visualizar la cadena molecular del UHMWPE como una cadena enredada de espagueti de más de un kilómetro de longitud. Esto se debe a que la cadena no es estática, pero con energía térmica interna, la cadena molecular puede transformarse a elevadas temperaturas. Cuando es enfriada por debajo de la temperatura de fusión, la cadena molecular del polietileno tiende a rotar alrededor de enlaces de C-C y crea cadenas dobladas. Esta cadena doblada permite un orden entre las moléculas, regiones laminares conocidas como laminillas cristalinas. Estas laminillas están incrustadas en regiones amorfas y posiblemente comunicadas con laminillas de los alrededores con un lazo de moléculas. Todas estas características morfológicas del UHMWPE son mostradas en la figura 1.4.

Las laminillas microscópicas son imperceptibles al ojo humano. Las laminillas difractan a la luz dándole al UHMWPE un color blanco y apariencia opaca a temperatura ambiente. A temperaturas arriba de la temperatura de fusión, aproximadamente 137°C, las laminillas de UHMWPE empiezan a traslucir. Las laminillas son del orden de 10-50 nm de espesor y de 10-50 μm de longitud. El promedio de espacio entre las laminillas es del orden de 50 nm (Bellare et al., 1995).

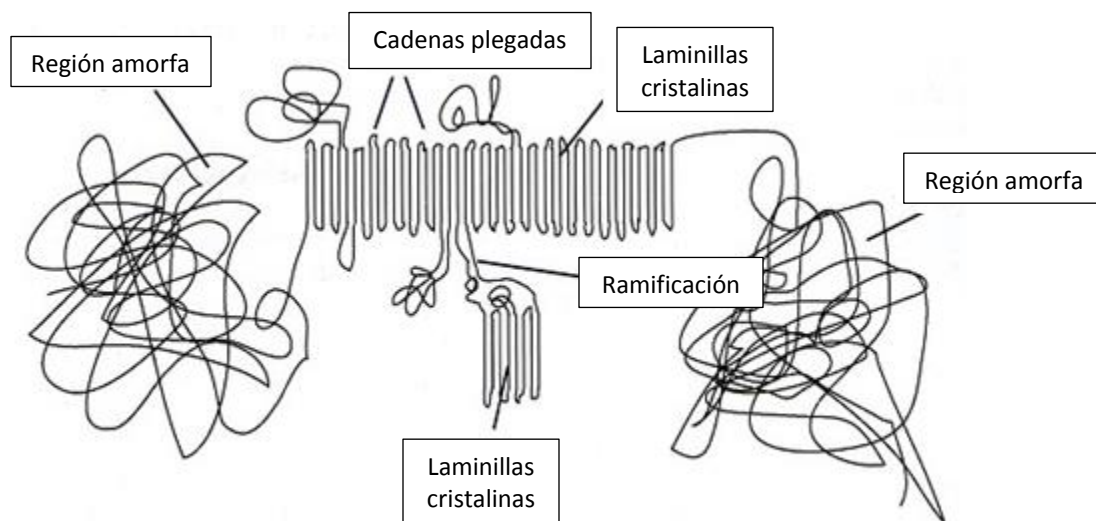


Figura 1.4. Características morfológicas del UHMWPE (Kurtz, 2009).

La morfología cristalina del UHMWPE puede ser visualizada utilizando microscopía electrónica de transmisión, la cual puede magnificar el polímero por encima de 16,000 veces. Tomando una micro-rebanada de polímero, típicamente manchada con acetato de uranilo para mejorar el contraste, hace que las regiones amorfas se tornen de gris en el microscopio. Las laminillas que son impermeables al agente de contraste, aparecen como líneas blancas con negro en su perímetro. En la figura 1.5 se puede apreciar la natural composición del UHMWPE como una red interconectada de regiones amorfas y cristalinas.

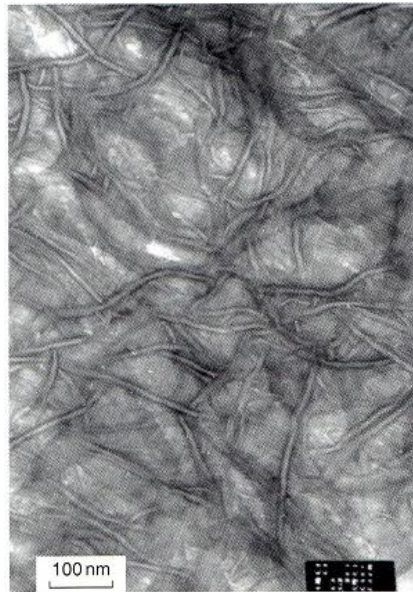


Figura 1.5. Micrografía del UHMWPE mostrando las regiones amorfas y cristalinas (Kurtz, 2009).

1.2.2 TRANSICIÓN TÉRMICA

Generalmente hablando, algunos polímeros se someten a tres importantes transiciones térmicas: temperatura de transición vítrea (T_g), temperatura de fusión (T_m) y temperatura de flujo (T_f). La temperatura de transición vítrea (T_g) es la temperatura bajo la cual la cadena del polímero se comporta como vidrio. Debajo de T_g , la cadena del polímero tiene deficiencia de energía térmica para deslizarse a otra cadena, y la única manera para el material de responder a la tensión mecánica es por el estiramiento de los enlaces que constituyen la cadena molecular. En el UHMWPE, la transición vítrea ocurre alrededor de 120°C (Kurtz, 2009).

Al aumentar la temperatura por encima de T_g , la región amorfa dentro del polímero gana movilidad. Cuando la temperatura del UHMWPE se eleva entre $60\text{-}90^\circ\text{C}$, los pequeños cristales en el polímero comienzan a fusionarse. El comportamiento de fusión de los polímeros semicristalinos, incluyendo el UHMWPE, es típicamente medido usando un calorímetro diferencial de barrido (DSC), el cual mide la cantidad de calor necesario para incrementar la temperatura de una muestra de polímero. Algunos datos representativos de DSC son mostrados en la figura 1.6.

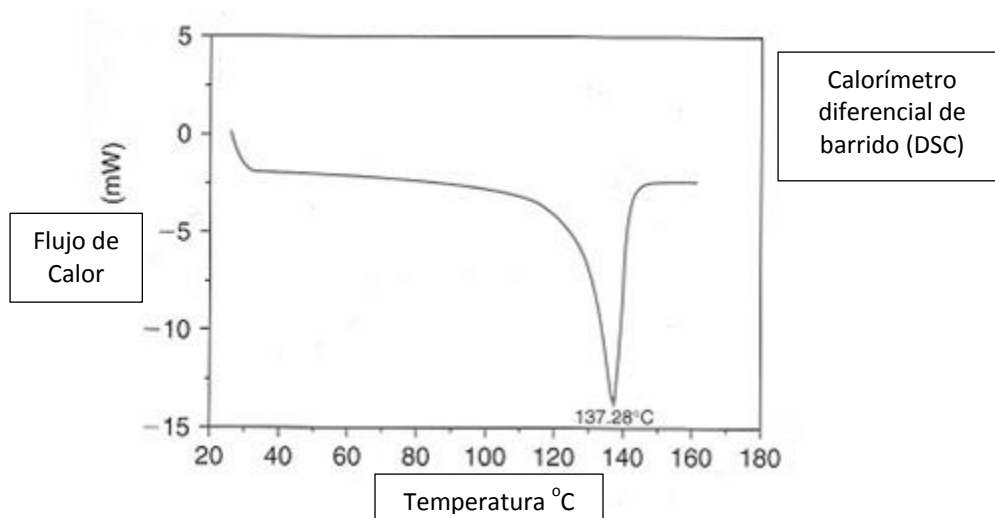


Figura 1.6. Calorímetro diferencial de barrido (DSC) usado para el de UHMWPE GUR 1050 con un tamaño de muestra de 6.3mg (Kurtz, 2009).

Los resultados del DSC usado en el UHMWPE muestran dos características clave. La primera característica de la curva DSC es el pico de temperatura de fusión (T_m), el cual ocurre cerca de los 137°C y corresponde al punto en el cual la mayoría de las regiones cristalinas se fusionan. La temperatura de fusión muestra el espesor de los cristales con mucha perfección. Los cristales más gruesos y más perfectos podrían tender a tener una temperatura de fusión más alta a diferencia de cristales delgados.

Adicionalmente, el área debajo del pico de fusión es proporcional a la cristalinidad del UHMWPE. El DSC proporciona una medida del calor total por unidad de masa (también referido al cambio de entalpía) requerido para fusionar las regiones cristalinas dentro de una muestra. Comparando el cambio de entalpía de una muestra de UHMWPE con la de un cristal perfecto, se puede calcular su grado de cristalinidad.

Como la temperatura de un polímero semicristalino se eleva por encima de la temperatura de fusión, puede experimentar una transición de flujo y convertirse en líquido. En polietilenos con peso molecular menor a 500,000 g/mol se observa una transición de flujo (T_f). Sin embargo, cuando el peso molecular aumenta por encima de 500,000 g/mol, el enredo de las inmensas cadenas poliméricas evita que fluya. Por esta razón el UHMWPE no exhibe flujo de transición.

1.3 MÉTODOS DE SÍNTESIS DEL UHMWPE A PARTIR DE GAS ETILENO

Se presentan tres etapas reales para la fabricación de una pieza final de UHMWPE. Primera el UHMWPE debe ser polimerizado del gas etileno. Segunda, la polimerización del UHMWPE debe convertirse en polvo de resina, ya que de esta forma puede ser consolidado como placa, barra o en forma de algún implante (figura 1.7). Finalmente, en la mayoría de los casos, se maquinan los implantes en su forma final. Un pequeño conjunto de implantes son consolidados directamente en su forma final, en procesos conocidos como moldeo directo por compresión, sin necesidad de agregar un maquinado adicional.

Cada una de estas tres etapas produce una sutil alteración en las propiedades del UHMWPE. En algunos casos, tal como en el maquinado, el cambio en el material quizá solo ocurre en la topografía y apariencia de la superficie. Por otro lado, cambios en la polimerización y conversión del UHMWPE pueden afectar las propiedades físicas y mecánicas.

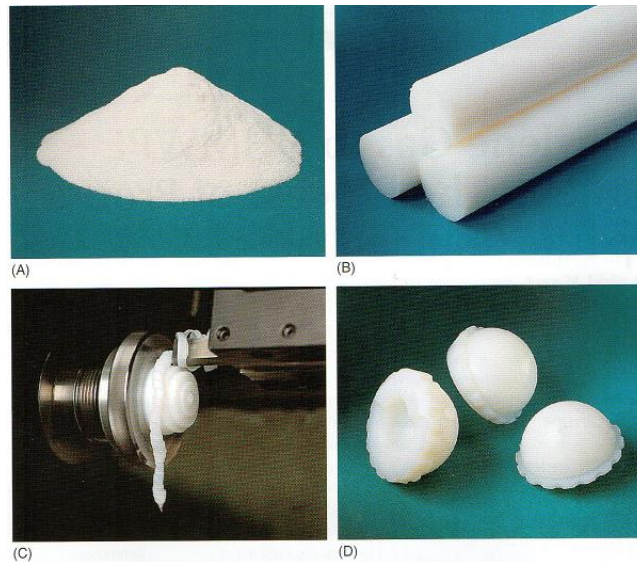


Figura 1.7. Etapas típicas de proceso en la manufactura de implantes de UHMWPE, A) polvo de resina. B) barras consolidadas del polvo de resina. C) maquinado en torno de las barras de UHMWPE. D) copas acetabulares de UHMWPE después del maquinado (Kurtz, 2009).

1.3.1 POLIMERIZACIÓN: POLVO DE RESINA DE UHMWPE A PARTIR DE GAS ETILENO

Desde la década de 1950, el polvo de resina del UHMWPE ha sido producido por Ruhrchemie usando el proceso Ziegler (Birnkraut, 1991). Los componentes principales para producir UHMWPE son etileno, hidrógeno y cloruro de tetra titanio (catalizador). La polimerización toma lugar en un solvente que se suele usar para transferir el calor. La polimerización es realizada en plantas de producción especializadas capaces de manejar estos volátiles y potencialmente peligrosos químicos.

Los requerimientos para grado médico del polvo de resina del UHMWPE son especificadas en la norma ASTM F648 e ISO 5834-1. En las normas, la resina grado médico son descritas como tipo 1, 2 ó 3, dependiendo de su peso molecular y productor (tabla 1.3). Los rastros de impurezas del titanio, aluminio y cloro son residuales del catalizador, mientras el rastro de niveles de calcio, dependerá del almacenamiento y manejo del polvo de resina después de la polimerización.

Tabla 1.3. Requerimientos para polvo de resina de UHMWPE grado médico (ASTM F648 e ISO 5834-1) (Kurtz, 2009).

Propiedad	Requerimientos	
Tipo de Resina	tipo 1-2	tipo 3
Nombre comercial	GUR 1020 y 1050	1900 H
Productor	Ticona, Inc.	Poliiolefinas Basell (descontinuado)
Titanio, ppm, (máximo)	40	150
Aluminio, ppm, (máximo)	20	100
Calcio, ppm, (máximo)	5	50
Cloro, ppm, (máximo)	30	90

Actualmente Ticona® produce resina tipo 1 y tipo 2 con el nombre comercial de GUR 1020 y 1050 respectivamente. Antes del 2002, Poliolefinas Basell producía resina Tipo 3 con el nombre comercial de 1900 (esta resina fue descontinuada). La clasificación de UHMWPE actualmente usado en la industria ortopédica se muestra en la tabla 1.4.

Tabla 1.4. Nomenclatura de Ticona y Basell para la resina de UHMWPE (Kurtz, 2009).

Designación de la resina	Productor	Promedio del peso molecular (10 ⁶ g/mol)	Estearato de Calcio
GUR 1020	Ticona	3.5	No
GUR 1050	Ticona	5.5-6	No
1900 H	Basell	>4.9	No

1.3.2 RESINAS GUR

Ticona usa la designación GUR para su UHMWPE en todo el mundo. El acrónimo GUR se debe a “Granular”, “UHMWPE” y “Ruhrchemie”. En 1998 todas las nomenclaturas fueron consolidadas en el mercado ortopédico mundial cuatro tipos de resinas: GUR 1150, 1050, 1120 y 1020.

El primer dígito del nombre del tipo de resina fue originalmente la densidad de la resina. Al polvo de resina le corresponde “4” por el valor de la densidad de 400g/l para resinas estándar, el segundo dígito indica la presencia o ausencia “1” de estearato de calcio, y el tercer dígito está relacionado con el promedio del peso molecular de la resina, el cuarto dígito es la designación de un código internacional.

Más recientemente, en 2009, Ticona introdujo dos nuevas resinas con Vitamina E para la comunidad ortopédica. Esto se hizo para mejorar la resistencia a la oxidación del UHMWPE después de la irradiación. GUR 1020-E y 1050-E son mezclados con 1000 ppm de antioxidante biocompatible (Vitamina E) pero por otro lado ajusta las propiedades de la GUR 1020 y 1050.

Las resinas Ticona tienen un tamaño de partícula de 140µm aproximadamente (Gul, 1997 – Han et al., 1981). Cuando se analizó mediante un microscopio electrónico de barrido, el polvo de resinas GUR consistía de numerosas partículas esféricas (Gul, 1997 – Han et al., 1981) (figura 1.8).

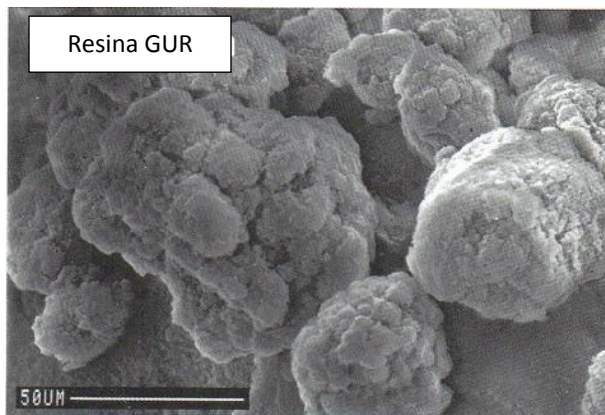


Figura 1.8. Micrografía electrónica de barrido ilustran la morfología de partículas de la resina de Ticona (Kurtz, 2009).

El hallazgo más notable de los estudios de la morfología del polvo de resina es que está caracterizada por una red fina de fibrillas de tamaño micro las cuales interconectan las microscopias esféricas. Las fibrillas son ilustradas en la figura 1.9 (Gul, 1997).

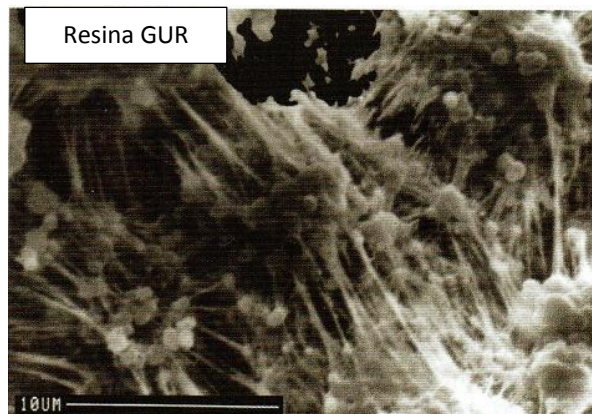


Figura 1.9. Imagen de las micro-fibrillas de la resina GUR (Kurtz, 2009).

Las esferulitas no son observadas en la resina Ticona las cuales tienen una morfología de laminillas (Gul, 1997- Pruitt et al., 1998- Goldman et al., 1996).

1.4 CONVERSIÓN DE POLVO DE RESINA A FORMA SÓLIDA DEL UHMWPE

El UHMWPE es producido como polvo de resina y tiene que ser consolidado a elevadas presiones y temperaturas debido a su alta viscosidad de fusión. Como se mencionó antes, el UHMWPE no fluye como los polietilenos de bajo peso molecular cuando se calientan por encima de la temperatura de fusión. Por esta razón, muchas técnicas para procesar termoplásticos, tal como el moldeo por inyección o moldeo por soplado, no son prácticas para el UHMWPE. De esta manera, el UHMWPE es producido en moldeo por compresión, extrusión y prensado isostático en caliente.

El proceso de consolidación del UHMWPE requiere una adecuada combinación de la presión, temperatura y tiempo. La precisa combinación de estas variables producen gran variedad de tipos de UHMWPE conservando sus propiedades. El mecanismo de gobierno de la consolidación es la auto-difusión, por lo que las cadenas de UHMWPE en partículas de resina adyacentes se entrelazan a nivel molecular. La cinética de la difusión intergranular, promueve la cercana proximidad de las intercaras y la movilidad térmica activada de las cadenas del polímero. Como un proceso de difusión limitada, la consolidación del UHMWPE requiere tiempo suficiente a elevada presión y temperatura para que las cadenas moleculares migren a través del límite de grano.

Cada método de conformado es muy importante ya que estos tienen efecto sobre las propiedades del UHMWPE. En el 2001 se realizaron pruebas bajo las especificaciones y requerimientos de la ASTM para evaluar las propiedades físicas y mecánicas del UHMWPE como función del tipo de resina y del método de conformado. Tres fabricantes de UHMWPE proporcionaron datos de propiedades físicas y mecánicas obtenidas durante una certificación de 680 lotes individuales de UHMWPE grado médico, los cuales fueron producidos entre 1998 y el 2001. Los resultados de estas pruebas se muestran en la tabla 1.5.

En el caso de la densidad, no se encontró una variación de su valor entre las resinas, pero para la fabricación la variación es significativa. Para las propiedades mecánicas de tracción, el tipo de resina y el método de conversión resultaron factores importantes. Aunque estadísticamente significativa, la diferencia en la densidad y las propiedades mecánicas de tracción del UHMWPE presentaron una diferencia sustancial no menor del 21% entre los métodos de fabricación extrusión y moldeo.

Tabla 1.5. Resumen de la variación entre los métodos de conversión de las propiedades físicas y propiedades mecánicas de tracción (Kurtz, 2009).

Material	Densidad (Kg/m ³)	Esfuerzo de cedencia (MPa)	Esfuerzo último (MPa)	Porcentaje de elongación (%)
GUR 1020 Extruido	935 ± 1	22.3 ± 0.5	53.7 ± 4.4	452 ± 19
GUR 1020 Moldeado	935 ± 1	21.9 ± 0.7	51.1 ± 7.7	440 ± 32
GUR 1050 Extruido	935 ± 1	21.5 ± 0.5	50.7 ± 4.2	395 ± 23
GUR 1050	930 ± 2	21 ± 0.7	46.8 ± 6.4	373 ± 29

Moldeado

Otras investigaciones han reportado la sutil diferencia en la morfología y comportamiento de la propagación de grietas por fatiga entre los métodos de extrusión y moldeo por compresión del UHMWPE. Estas investigaciones encontraron que los materiales hechos en moldeo por compresión tienen una orientación cristalina isotrópica, mientras la morfología del material extruido varía ligeramente la distribución desde la línea central (Bellare et al., 1996). Similarmente, en las investigaciones sobre la propagación de grietas se ha encontrado un comportamiento isotrópico en las hojas de moldeo por compresión a diferencia de barras extruidas de UHMWPE (Pruitt et al., 1998).

1.5 MAQUINADO: DE FORMA SÓLIDA A FORMA DE IMPLANTE

Las fábricas de implantes ortopédicos generalmente maquinan componentes de UHMWPE para obtener su forma final. Incluso, componentes que son hechos en moldeo por compresión directa pueden ser maquinados en la parte trasera para evitar problemas de acoplamiento. Sin embargo, la morfología actual de las marcas del maquinado depende de las condiciones de manufactura como también del tipo de UHMWPE (Kurtz et al., 2002). En la figura 1.10 se muestran las marcas de un componente (nunca implantado) de UHMWPE hecho con resina GUR 1050.

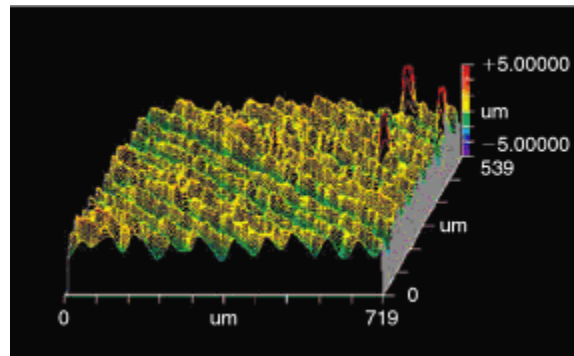


Figura 1.10. Ejemplo de las marcas del maquinado de un componente (nunca implantado) de UHMWPE hecho con resina GUR 1050 (Kurtz, 2009).

El proceso de maquinado consiste en el fresado y torneado donde ambos procesos son etapas de desbaste y acabado. En algunos casos, los convertidores de resina pueden proporcionar una forma que se aproxime al acabado final del implante. Existe poca información disponible en la literatura sobre el efecto de los parámetros de maquinado sobre las propiedades tribológicas del UHMWPE (Song et al., 1999). Song et al., han propuesto un modelo idealizado de la morfología de la superficie del maquinado del UHMWPE como una ola triangular, en la cual la distancia entre pico y pico, está dada por la siguiente ecuación:

$$d = \frac{f}{2s} \quad (1.1)$$

donde f es la velocidad de avance de la herramienta y s es la velocidad de corte. El modelo de Song propone que el ángulo de la base de las marcas del maquinado está relacionado con la geometría de la herramienta de corte.

Debido a la diferencia inicial de la rugosidad entre el UHMWPE y la contracara del metal, la tasa de desgaste inicial involucra la remoción de la aspereza en la superficie del UHMWPE. Las marcas del maquinado se eliminarán dentro de la zona de contacto durante las primeras etapas de desgaste en un cojinete ortopédico (Wang et al., 1995).

1.6 EMPAQUETADO Y ESTERILIZACIÓN DEL UHMWPE

Después de su fabricación, ya sea maquinado o en moldeo por compresión directa, los componentes de polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE), de un reemplazo total de articulación, son empaquetados y esterilizados antes de su distribución. A diferencia de la polimerización y conversión del polvo de resina, los cuales están típicamente bajo control directo de proveedores especializados, la elección de métodos de empaquetado y esterilización están bajo la responsabilidad de los diseñadores de implantes. Por ejemplo, esterilizadores de gas plasma están comercialmente distribuidos como unidades independientes y pueden ser incorporadas directamente dentro de las instalaciones de manufactura, mientras que rayos gamma y la esterilización con óxido de etileno requiere instalaciones especializadas que son típicamente desarrolladas por los proveedores.

Actualmente el diseñador de implantes tiene una amplia variedad de elecciones de empaquetamiento y esterilización del UHMWPE, como se muestra en la tabla 1.6. Los implantes pueden ser esterilizados con o sin radiación ionizada. Cuando se esteriliza ocupando radiación gamma, los componentes de UHMWPE contienen una barrera de empaque con atmósfera de oxígeno reducido. Implantes esterilizados con gas plasma y óxido de etileno son empaquetados en gas permeable para permitir el acceso de mediana esterilización en la superficie del UHMWPE.

Tabla 1.6. Resumen de procesos de esterilización del UHMWPE de implantes. (Kurtz, 2009).

Proceso de Esterilización	Tipo de empaquetado	Dosis de radiación gamma
Gamma en aire	Gas permeable	25-40KGy
Gamma inerte	Barrera de empaquetado, reducción de Oxígeno	25-40KGy
Gas plasma	Gas permeable	No
Óxido de Etileno	Gas permeable	No

1.7 COMPORTAMIENTO MECÁNICO

En las últimas décadas se han realizado numerosos experimentos para analizar el comportamiento mecánico. Por ejemplo, pruebas de fluencia lenta (creep), relajación de esfuerzos, tracción, compresión (Khan et al., 2011) y resistencia a la fractura (Varadarajan et al., 2008) realizadas para algún implante de reemplazo total de articulación.

Profundizando en el tema, se explicarán los trabajos de los autores mencionados anteriormente que analizaron el comportamiento mecánico del UHMWPE.

Khan et al., en 2011, presentan la teoría de la viscoplasticidad basada en sobre-esfuerzo (VBO) la cual es una variable de estado basada en un modelo constitutivo. El modelo es capaz de reproducir las características del comportamiento en “Creep” y relajación de esfuerzos. Como muestra de este fenómeno físico, una muestra de polímero sometida a una tensión constante puede producir un aumento en la deformación durante el periodo de retención de la carga.

Las pruebas realizadas por Khan et al., fueron hechas con AOXTM y XLKTM (UHMWPE altamente reticulado y UHMWPE refundido respectivamente) hechos por DePuy® usados en implantes de rodilla en los cuales se comparan sus propiedades mecánicas.

La comparación de las propiedades mecánicas del AOXTM vs XLKTM fueron inicialmente medidas a partir del porcentaje de cristalinidad de cada material. Los valores promedio fueron: XLKTM 50.2% y AOXTM 64.4%. Como se esperaba, la disminución en el porcentaje de cristalinidad en el XLKTM se debe a la irradiación. Con el fin de investigar el cambio microestructural del UHMWPE, ambos materiales fueron sometidos a sollicitaciones variando los valores máximos de deformación. Los resultados de la prueba de tracción se muestran en la figura 1.11 en la cual se observa claramente que el esfuerzo de cedencia del AOXTM es mayor respecto al valor del XLKTM para los mismos valores de deformación. La deformación máxima se limitó a nivel de deformación homogénea. El comportamiento de recuperación de cada material se registró introduciendo una carga nula constante en un periodo de una hora inmediatamente después de retirar la carga completa de la muestra.

Para los dos materiales ensayados la máxima deformación fue de 14%, la deformación inicial para la fase de recuperación fue aproximadamente de 6% etiquetado como “A” en la figura 1.11, y aproximadamente de 2% para las muestras cargadas al 6%, este punto es etiquetado como “B” en la misma figura. La velocidad de deformación en todos los experimentos se disminuyó después de los 500 s. Por la sensibilidad del AOXTM se evaluó a dos velocidades de deformación diferentes, $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ y $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Los resultados a estas velocidades se muestran en la figura 1.12.

Debido a la sensibilidad del AOXTM, este material también fue ensayado a compresión, y los resultados son presentados en la figura 1.13. Para esta prueba se utilizaron dos velocidades de deformación. El comportamiento que describe la curva presenta el efecto Bauschinger comparado con la prueba de tracción mencionada anteriormente.

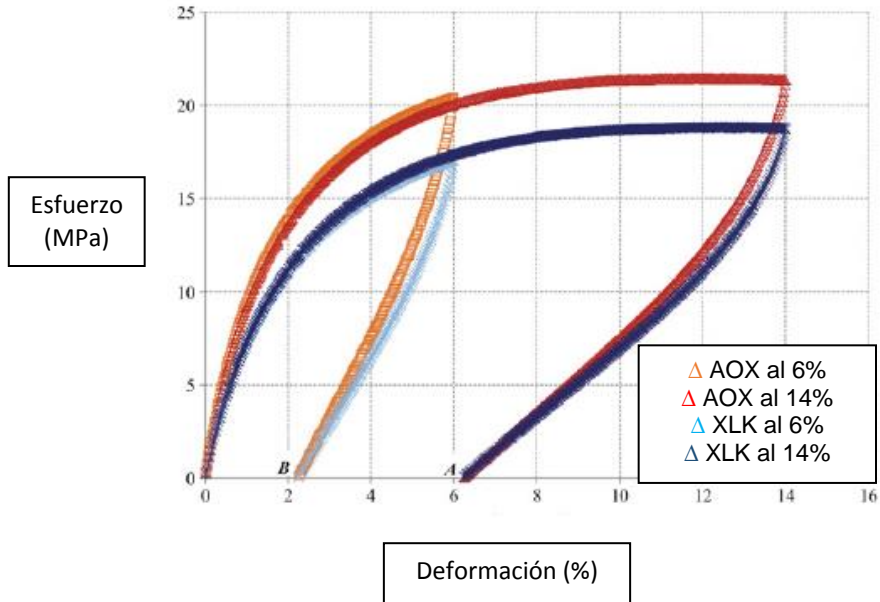


Figura 1.11. Comparativa de la respuesta esfuerzo vs deformación del AOX y del XLK a una velocidad de deformación de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (Khan et al., 2011).

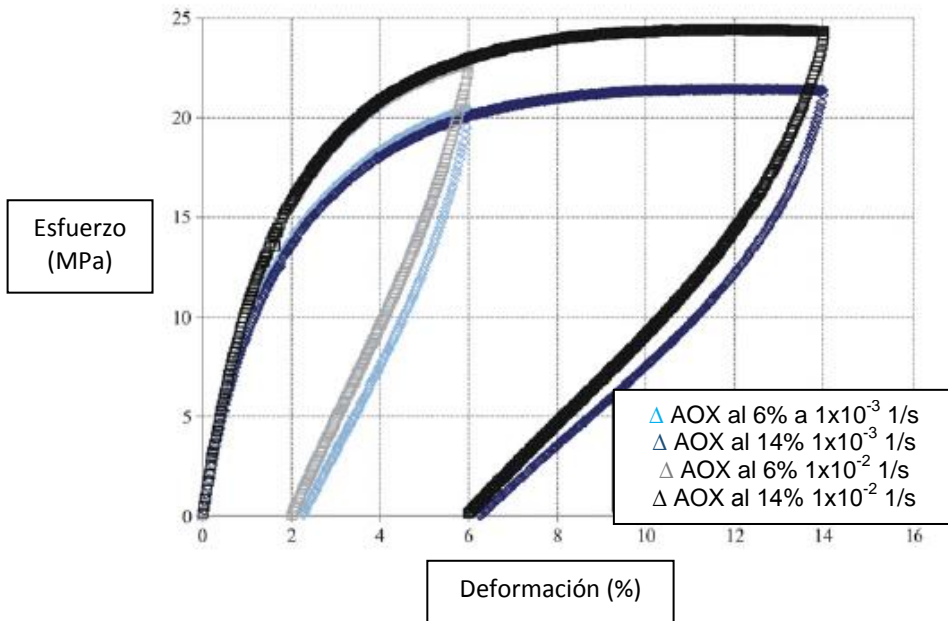


Figura 1.12. Curvas esfuerzo vs deformación del AOX a diferentes velocidades de deformación (Khan et al., 2011).

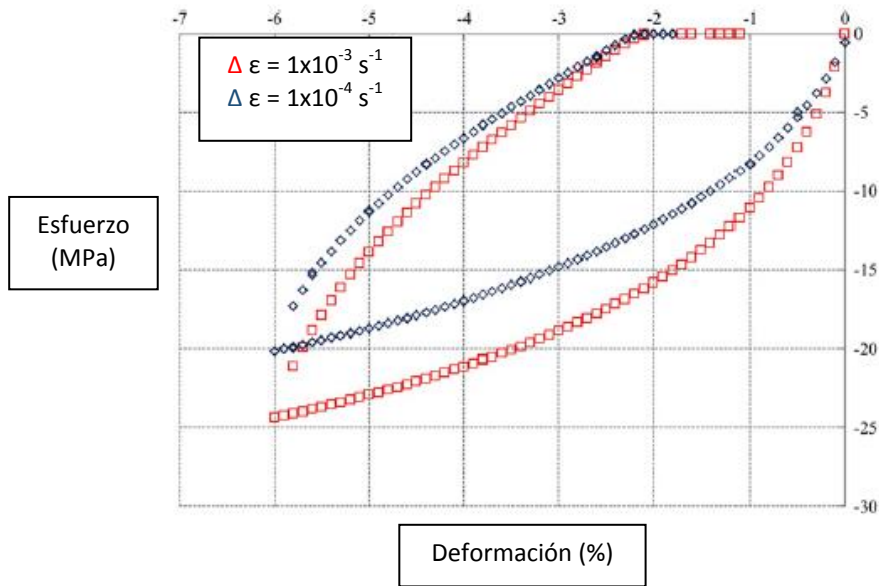


Figura 1.13. Curva esfuerzo vs deformación a compresión del AOX a dos velocidades de deformación diferentes (Khan et al., 2011).

La prueba de relajación de esfuerzos del AOXTM se desarrolló a deformación constante (5%) en un periodo de tiempo de 5400 s. La respuesta del material en esta prueba se muestra en la figura 1.14 en donde se observa que la relajación de esfuerzos en función del tiempo depende de la velocidad de deformación inicial.

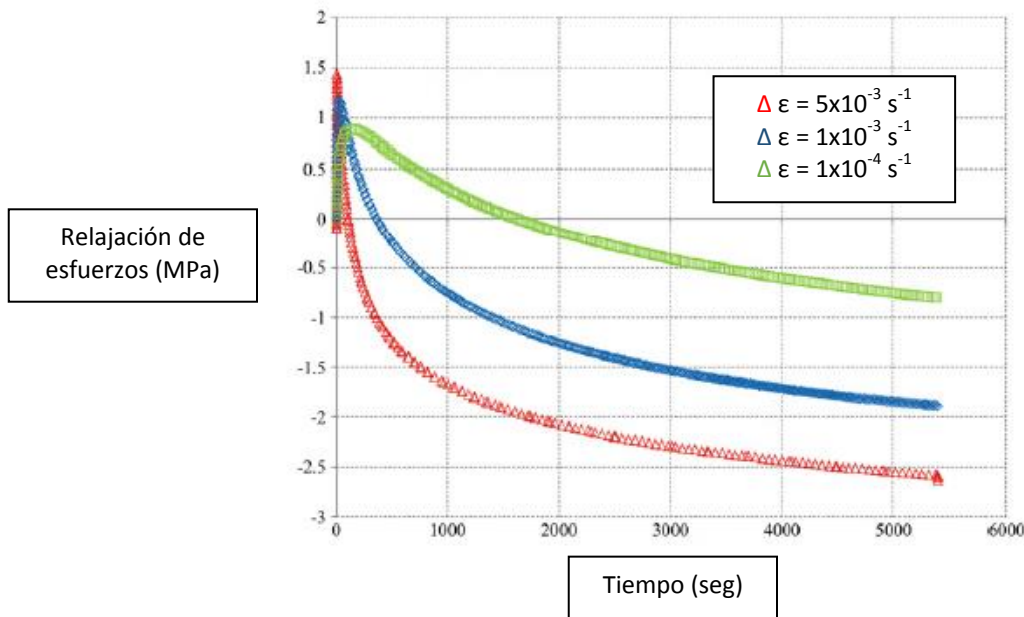


Figura 1.14. Curva Relajación de esfuerzos vs tiempo del AOX para diferentes velocidades de deformación (Khan et al., 2011).

Por otra parte, en 2002 Kurtz et al., analizaron el comportamiento mecánico de cuatro diferentes tipos de UHMWPE, dos convencionales y dos altamente reticulados, todos obtenidos del mismo tipo de resina GUR 1050. De los materiales convencionales, uno se ensayó en condiciones normales y el otro con una radiación gamma en nitrógeno con una dosis de 30 kGy. Los altamente reticulados con una radiación gamma de 100 kGy y con un recocido posterior a una temperatura de 110 y 150 °C respectivamente. El comportamiento mecánico de las cuatro muestras de UHMWPE fue caracterizado en función de la velocidad de deformación (entre 0.02 y 0.10 s⁻¹) y de la temperatura (20-60°C).

Las muestras de UHMWPE fueron sometidas a tracción con tres velocidades de deformación distintas (0.02, 0.05 y 0.10 s⁻¹) con una temperatura controlada de 20 y 37 °C. (Para la prueba a 20 °C, interesa comparar los resultados ya que las pruebas realizadas en esta tesis se realizaron a una temperatura similar). Kurtz et al., en 2002 utilizaron cuatro probetas para cada velocidad de deformación con base en la ASTM D638.

Kurtz et al., en 2002 llegaron a la conclusión que los UHMWPE altamente reticulados exhiben menor ductilidad comparado con los otros dos convencionales (figura 1.15) además que observaron diferencias significativas en el comportamiento mecánico de las cuatro muestras (ensayadas a temperaturas diferentes) en función de la velocidad de deformación.

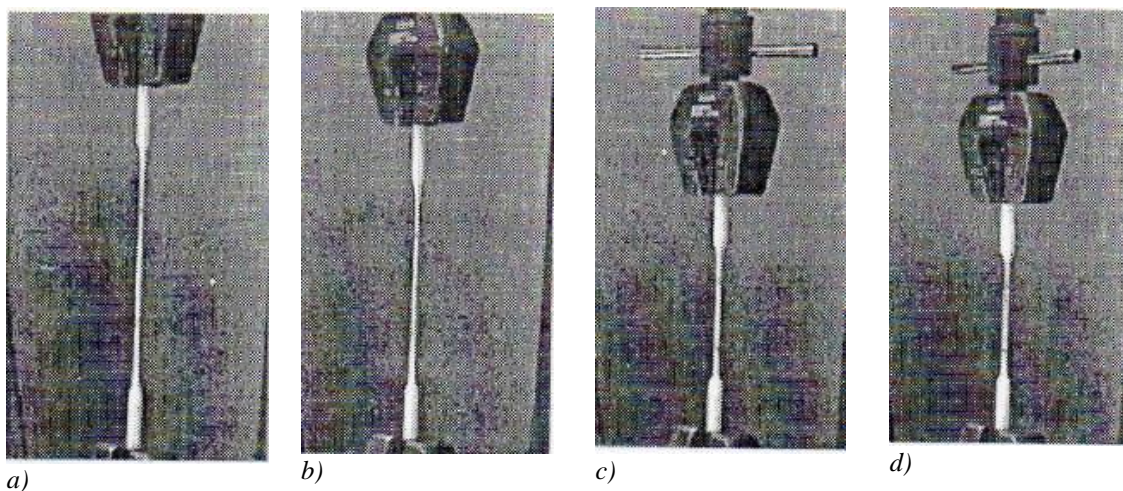


Figura 1.15. Momentos antes de la fractura para las cuatro muestras diferentes de UHMWPE sometidas a tensión. a) Muestra no irradiada. b) Muestra con radiación gamma en nitrógeno (30kGy). c) Muestra altamente reticulada con radiación gamma (100 kGy) a 110 °C. d) Muestra altamente reticulada con radiación gamma (100 kGy) a 150 °C. (Kurtz et al., 2002).

En general para todas las muestras, la variación en la temperatura y la velocidad de deformación resultan en la disminución del módulo de elasticidad, en el esfuerzo de cedencia y en el esfuerzo máximo, por el contrario provoca un incremento en la deformación máxima. El UHMWPE altamente reticulado (100 kGy/150°C) tiene los valores más bajos de módulo de elasticidad, esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo pero tiene un valor grande de deformación comparado con las demás muestras (figura 1.16).

Cuando se comparan los efectos de la temperatura y de la velocidad de deformación, al incrementar la temperatura de 20 a 37 °C se tiene un efecto de incremento del 12% en la deformación máxima comparado con tan solo el 5% de deformación con disminuir la velocidad de deformación de 0.1 a 0.02 s⁻¹ (figura 1.16 y 1.17).

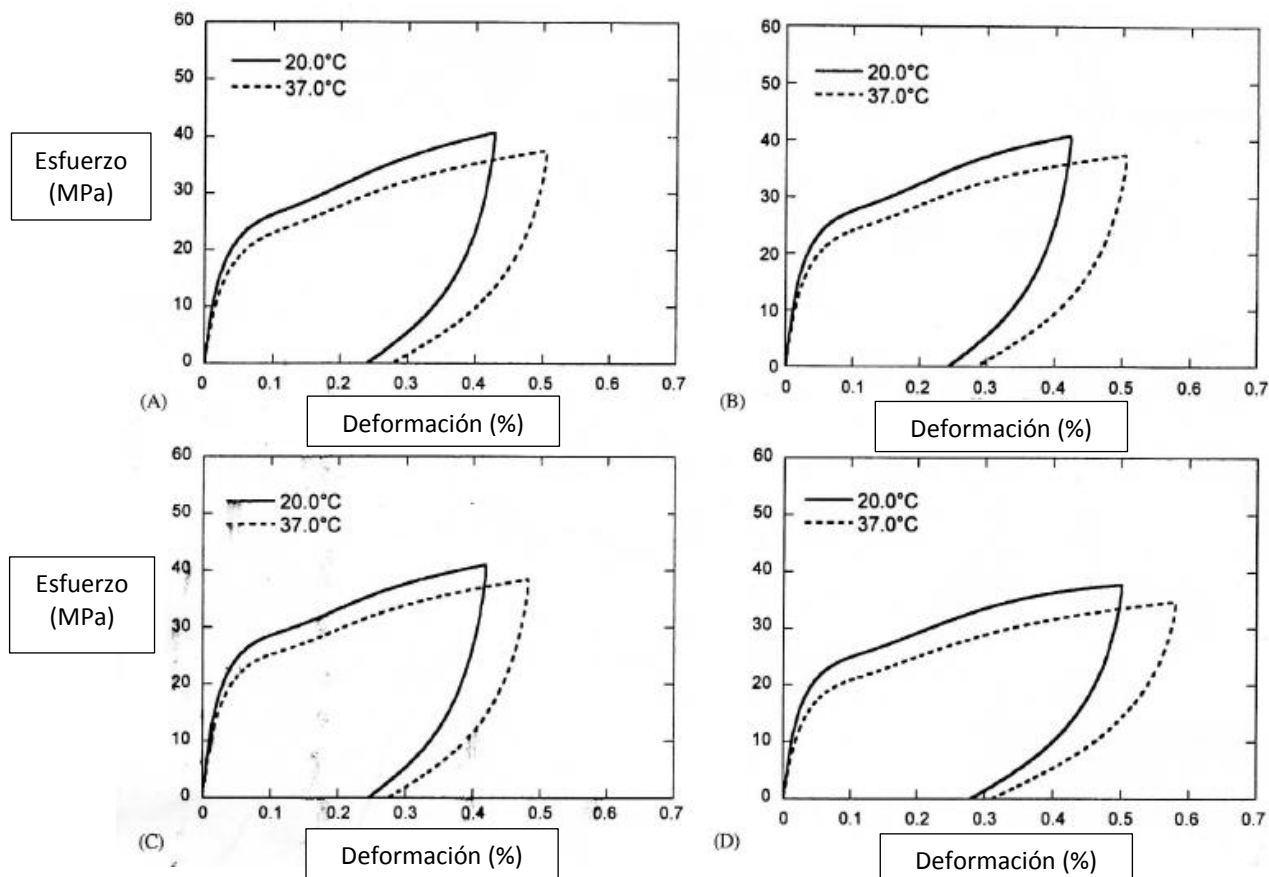


Figura 1.16. Efecto de la temperatura en la curva esfuerzo vs deformación en las 4 muestras de UHMWPE a una velocidad de deformación de 0.10 s⁻¹. a) Muestra no irradiada. b) Muestra con radiación gamma en nitrógeno (30 kGy). c) Muestra altamente reticulada con radiación gamma (100 kGy) a 110 °C. d) Muestra altamente reticulada con radiación gamma (100 kGy) a 150 °C. (Kurtz et al., 2002).

En este artículo, Kurtz et al., observaron que el esfuerzo de cedencia se debe a los mecanismos de la región amorfa y la región cristalina del polímero. Deformaciones pequeñas debajo del punto de cedencia ocurren en un rango de 0.11-0.14. Por otro lado la etapa de radiación resulta en la alta reticulación del UHMWPE primeramente en la región amorfa, lo cual afecta a la disminución de los valores de esfuerzo y deformación al momento de la fractura.

Aunque procesos térmicos como el recocido y la refundición son considerados como métodos para mejorar la resistencia a la oxidación, también tiene un efecto significativo en la cristalinidad y por ende afecta el comportamiento mecánico. La cristalinidad y la dosis de radiación son clave para predecir la cedencia, y fluencia del material.

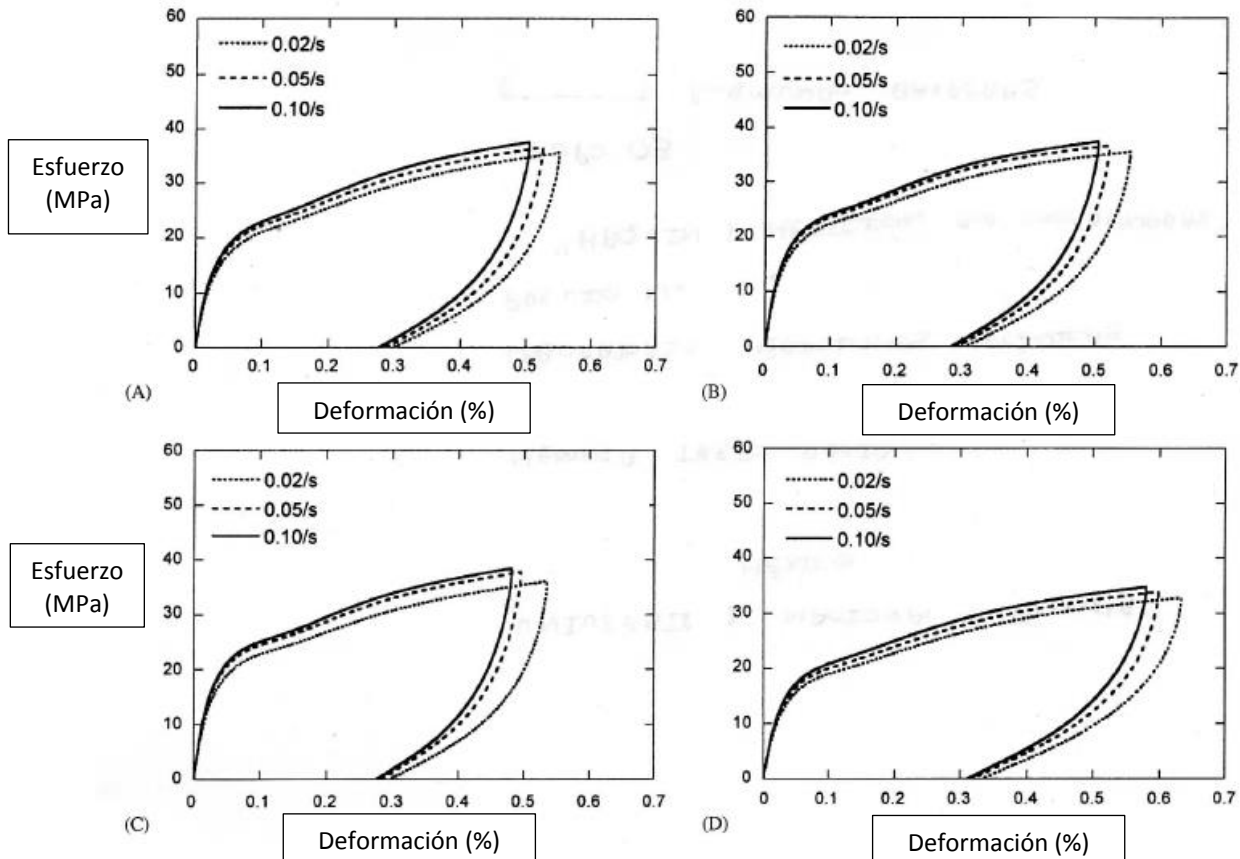


Figura 1.17. Efecto de la velocidad de deformación en la curva esfuerzo vs deformación en las 4 muestras de UHMWPE a una temperatura de 37 °C. a) Muestra no irradiada. b) Muestra con radiación gamma en nitrógeno (30 kGy). c) Muestra altamente reticulada con radiación gamma (100 kGy) a 110°C. d) Muestra altamente reticulada con radiación gamma (100 kGy) a 150 °C. (Kurtz et al., 2002).

Por otro lado para determinar la resistencia a la fractura de componentes utilizados en reemplazos de articulación de UHMWPE, en 2008 Varadarajan et al., proponen un método de una sola prueba. La tenacidad a la fractura de materiales dúctiles y la resistencia a la propagación de grietas son parámetros regularmente caracterizada por la curva J-R. La ASTM recomienda los métodos multi-probetas E1820 y D6068 para determinar la tenacidad a la fractura y la resistencia a la propagación de grietas respectivamente. Los métodos multi-probetas aunque sencillos y eficaces, necesitan mayor cantidad de material y tiempo. El método de una sola probeta permite la generación de la curva J-R a través de una simple prueba de fractura. El método es cuestionado debido a la presencia de histéresis en la curva carga vs desplazamiento, lo cual dificulta la predicción en el crecimiento de grietas.

Se ensayaron cinco tipos diferentes de UHMWPE: Barras de UHMWPE conformadas en moldeo por compresión con resina GUR 1020 sometidas a radiación gamma a una dosis de 30 kGy seguido de un recocido a 130 °C. (Este proceso se repitió dos veces más para acumular una dosis de 90 kGy) (M1). Barras de UHMWPE extruidas con resina GUR 1050 sometidas a radiación gamma a una dosis de 30 kGy esterilizado en nitrógeno (M2). Barras de UHMWPE conformadas en moldeo por compresión con resina GUR 1020 sometidas a radiación gamma a una dosis de 30 kGy esterilizado en nitrógeno (M3). Barras de UHMWPE extruidas con resina GUR 4150 (M4). Barras de UHMWPE extruidas con resina GUR 1050 sometidas a un haz de electrones (M5).

Los datos experimentales para generar la curva J-R utilizando un método multi-probetas fueron obtenidos de pruebas anteriores a una velocidad de deformación de 0.85 mm/s. Estas pruebas fueron hechas con probetas para ensayo de flexión a 3 puntos maquinadas con una sola muesca cuyas dimensiones eran 20 mm de espesor, 40 mm de alto y 180mm de largo. Las probetas fueron precargadas utilizando el método de generar la grieta con una hoja de afeitar a una velocidad controlada de 0.06 mm/min para generar una grieta de 3.5 mm de longitud. Las especificaciones anteriores están basadas en la norma ASTM D6068. Las probetas fueron almacenadas a -20 °C hasta el día de la prueba con el objetivo de minimizar el potencial de oxidación del material.

El método de una sola prueba de fractura usa la relación de deformación basada en la función LMN. Sin embargo, otros estudios realizados a polímeros semicristalinos recomienda la ley de potencia también basadas en la relación de deformación. El objetivo del método de una sola prueba de fractura fue para comparar la función LMN y la ley de potencia para determinar la curva J-R para distintos tipos de UHMWPE.

El objetivo del método es obtener la más precisa predicción del crecimiento de grieta usando solo los datos de la curva carga vs desplazamiento. El método de multi-probetas involucra la carga P , la geometría y el factor (a/W) .

La curva J-R también fue generada usando el método de una sola probeta con las funciones de deformación LMN y la ley potencia. El equipo de pruebas se calibró en seis cargas distintas a partir del esfuerzo de cedencia nominal de 24.5 MPa para todos los tipos de UHMWPE utilizados en la prueba. En la figura 1.18 se muestra la curva J-R de las 5 muestras diferentes de UHMWPE.

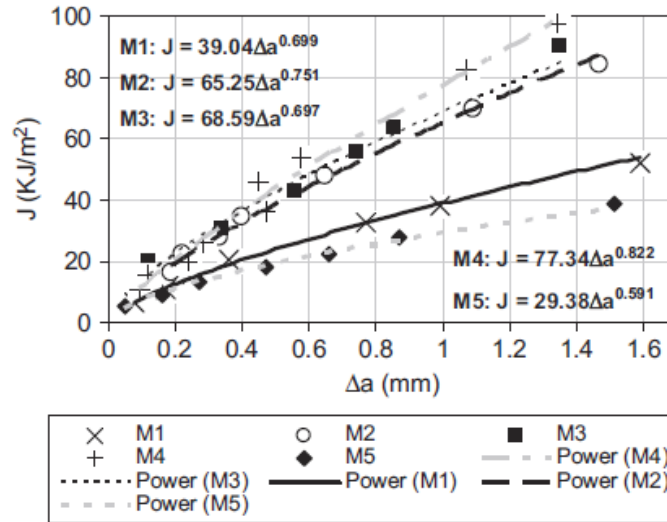


Figura 1.18. Curva J-R obtenida del método multi-probetas (ASTM D6068) de las 5 muestras diferentes de UHMWPE (Varadarajan et al., 2008).

El comportamiento de la curva carga vs desplazamiento de todas las muestras fue consistente. Los datos de la curva de cada probeta fueron utilizados para el análisis del método de una sola probeta. Por ejemplo, la curva J-R del método de una sola probeta para M2, M3 y M5, tanto la función ley de potencia como la función LMN resultan idénticas para la curva J-R multi-probetas. Sin embargo, para la muestra M1 con la función LMN se tiene un error de precisión de $\Delta a < 0.3$ mm y para M4 un error de $\Delta a < 0.05$ mm.

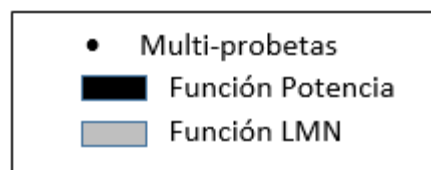
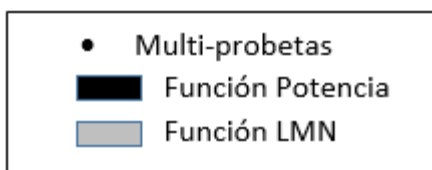
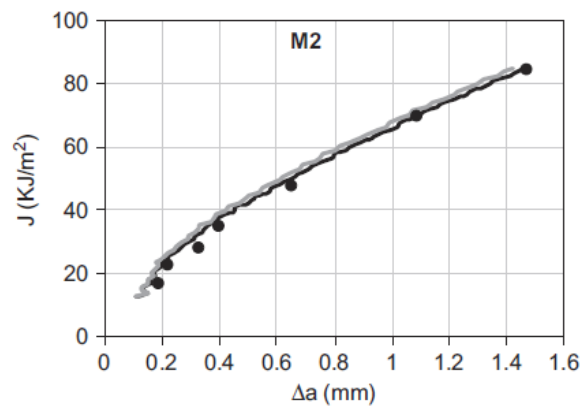
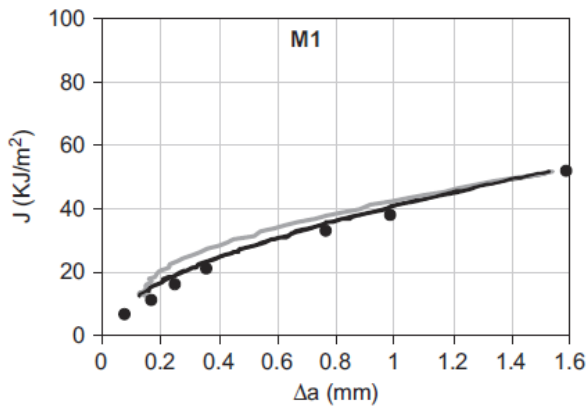
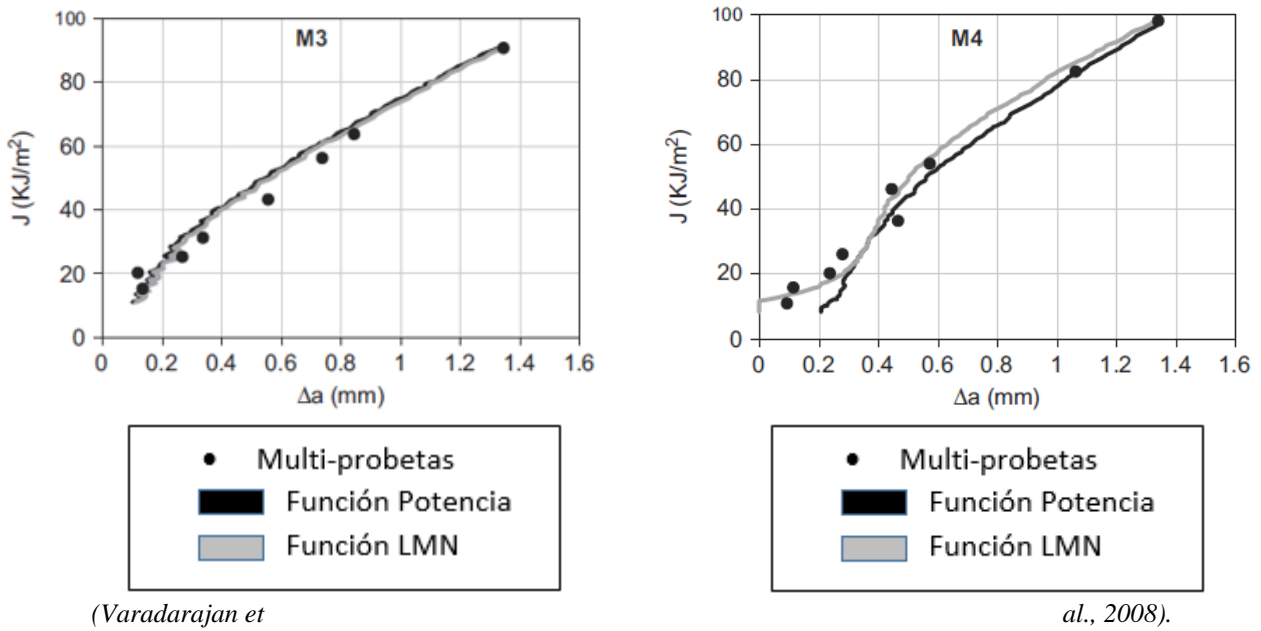


Figura 1.19. Curvas J-R obtenidas del método de una sola probeta para las muestras M1 y M2 de UHMWPE



(Varadarajan et

al., 2008).

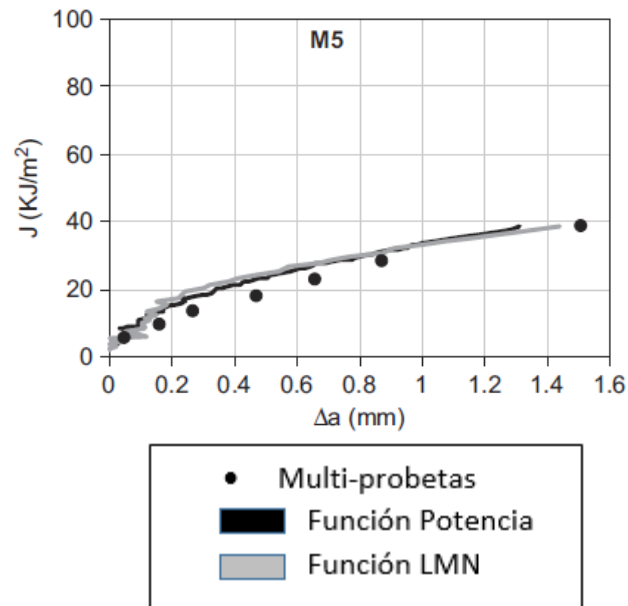


Figura 1.20. Curvas J-R obtenidas del método de una sola probeta para las muestras M3, M4 y M5 de UHMWPE (Varadarajan et al., 2008).

La aplicabilidad del método de una sola probeta para predecir la curva J-R para diferentes formulaciones de UHMWPE fue demostrada ya que los resultados obtenidos del método son muy aproximados al método de multi-probetas evitando el consumo de material y disminuyendo tiempo para la prueba.

1.7.1 MODELOS PARA EL ANÁLISIS DE RELAJACIÓN DE ESFUERZOS

Para un análisis matemático del fenómeno de relajación de esfuerzos comúnmente se modela a través de un resorte y un amortiguador. El resorte se comporta exactamente como un resorte de metal estirándolo bajo cierta carga y manteniéndose deformado indefinidamente. Un amortiguador contiene en su interior un fluido netamente viscoso que bajo cierta carga el émbolo desplaza al fluido proporcionalmente a la velocidad de deformación. Una vez que se retira la carga este no se recupera. Se están presentando dos modelos para análisis uniaxial, estos son el de Maxwell a la izquierda que corresponde a un fluido elasto viscoso (un fluido que almacena energía o un sólido que presenta creep), el de la derecha corresponde con un Kelvin o Kelvin Voigt, el cual representa un sólido elástico no lineal (un sólido que disipa energía o un sólido donde hay un retardo de la deformación con relación a la sollicitación).

El resorte y el amortiguador juntos modelan el comportamiento viscoelástico. La figura 1.21 ilustra los arreglos más simples de los elementos de Maxwell y Voigt. Mientras que el resorte y el amortiguador en arreglo serie representa el elemento de Maxwell, el arreglo en paralelo representa el elemento de Voigt. Para ambos arreglos es necesario asignar un valor del módulo E para el resorte y un valor de viscosidad η para el amortiguador.

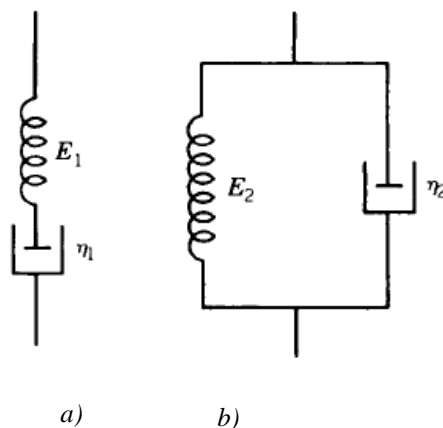


Figura 1.21. a) Modelo de Maxwell, resorte y amortiguador en serie. b) Modelo de Voigt, resorte y amortiguador en paralelo (Sperling, 2006).

En el elemento de Maxwell, tanto el resorte como el amortiguador están sometidos al mismo esfuerzo pero tienen una deformación independiente. Por el contrario en el elemento de Voigt, el esfuerzo aplicado se divide en partes iguales entre el resorte y el amortiguador.

Para el elemento de Maxwell se tiene:

$$\varepsilon = cte. \quad \sigma = \sigma_0 \quad \sigma(t) = \sigma_0 e^{-\frac{E}{\eta}t} \quad (1.2)$$

Para el elemento de Voigt:

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_T}{E} \left(1 - e^{-\frac{E}{\eta}t} \right) \quad (1.3)$$

Mientras algunos problemas son resueltos solo con los elementos de Maxwell y Voigt, también estos suelen usarse en combinación. La figura 1.22 muestra la combinación del elemento de Maxwell y Voigt en arreglo serie conocido como modelo de cuatro elementos. Este es el modelo más simple que exhibe todas las características esenciales de la viscoelasticidad.

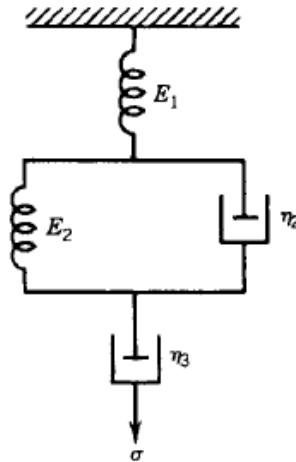


Figura 1.22. Modelo de los cuatro elementos (Sperling, 2006).

Para el modelo de cuatro elementos la deformación total es la suma de las deformaciones individuales de las tres partes, por lo tanto:

$$\varepsilon = \frac{\sigma_0}{E_1} + \frac{\sigma_0}{E_2} \left(1 - e^{-\frac{E_2}{\eta_2}t} \right) + \frac{\sigma_0}{\eta_3} t \quad (1.4)$$

CAPÍTULO 2. PRUEBAS MECÁNICAS

Existen muchas propiedades que se deben considerar cuando se desarrolla un material para aplicaciones médicas como lo son los implantes. Las características del polvo de resina del UHMWPE son medidas para verificar que no exista variación en los lotes de producción. Después de la consolidación, cuando el polvo es comprimido en un bloque sólido ya sea por extrusión, moldeo por compresión o por prensado isostático, los fabricantes hacen pruebas al polietileno sólido para determinar la calidad del material y para determinar si ocurrió algún efecto perjudicial. Las presentaciones de UHMWPE para su caracterización pueden ser en polvo de resina, en bloque o barra como se muestra en la figura 2.1.

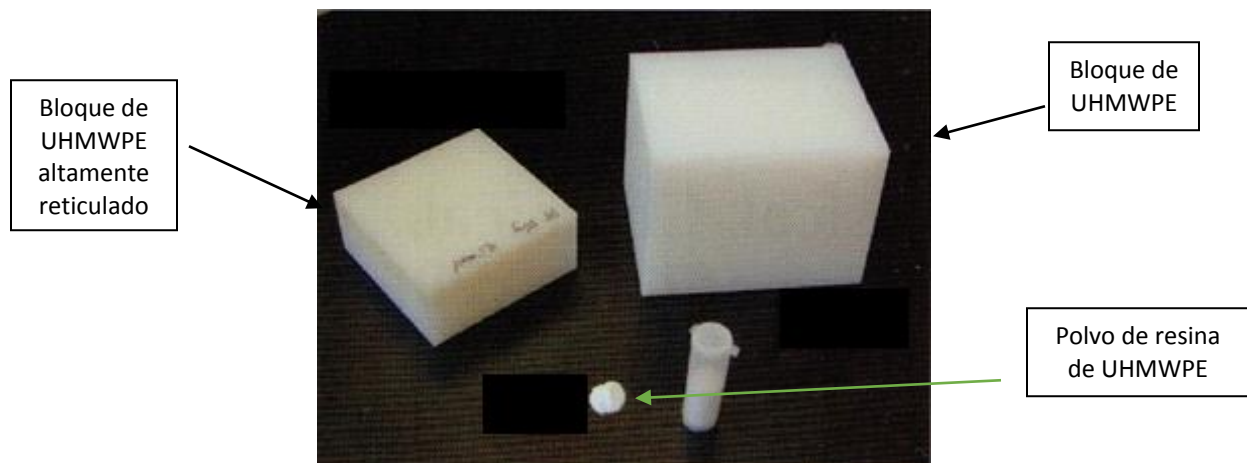


Figura 2.1. Polvo de resina, barra, bloque y bloque reticulado de UHMWPE para su caracterización (Kurtz, 2009).

2.1 REQUERIMIENTOS DEL MATERIAL

La “Food and Drugs Administration” (FDA) es quien se encarga de las pruebas para investigación de un nuevo material para su aprobación antes de ser implantado en humanos. Existe una lista donde se presenta un número mínimo de pruebas que se deben hacer, este número depende de la naturaleza del material y de la consideración de la FDA.

En la tabla 2.1 se resumen algunas de las pruebas discutidas por la FDA para el uso del UHMWPE en artículos ortopédicos (FDA, 1995). Si después de la primera etapa el nuevo

polietileno tiene casi propiedades idénticas al polietileno comercial, no se requieren más pruebas. Si las propiedades difieren con el polietileno aprobado por la FDA, se tiene que pasar a la etapa 2. Si la etapa 2 también resulta diferente, es requerida la etapa de prueba 3.

La “American Standards for Testing and Materials” (ASTM), ha reunido una lista de propiedades recomendadas que los componentes de UHMWPE tienen que reunir si quieren ser usados en dispositivos ortopédicos. La FDA usualmente se refiere a estas propiedades cuando un nuevo implante de UHMWPE es desarrollado. Un resumen de todas las pruebas posibles, incluyendo el número de norma de la ASTM son mostradas en la tabla 2.2, donde también se indica el tipo de presentación del UHMWPE apropiado para cada prueba.

Tabla 2.1. Resumen de las pruebas requeridas por la FDA para el UHMWPE en dispositivos ortopédicos (Kurtz, 2009).

Etapas 1 de pruebas	Etapas 2 de pruebas	Etapas 3 de pruebas
Esfuerzo de cedencia	Desgaste	
Módulo de Young	Fatiga	
Esfuerzo último	Creep	Biocompatibilidad
Relación de Poisson	Propagación de grietas	
% de elongación	Integral J	
Peso molecular	Micrografía de sección delgada	
Densidad y porosidad	Estructura química	
% de cristalinidad		
Temperatura de transición vítrea T_g		
Temperatura de fusión T_m		
Temperatura de oxidación T_o		

Tabla 2.2. Pruebas comunes usadas para determinar propiedades del UHMWPE (Kurtz, 2009).

Físicas	Químicas	Mecánicas	En uso
Microscopía electrónica de transmisión ^{2,3}	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (ASTM F2102, F2381) ^{1,2,3}	Punzonado (ASTM F2183) ^{2,3}	Envejecimiento acelerado (ASTM F2003-02) ^{2,3}
Microscopía electrónica de barrido ^{1,2,3}	Espectroscopia de resonancia de spin electrónico ³	Compresión (ASTM D2990) ^{2,3}	Prueba de desgaste (ASTM F732-00) ^{2,3}
Densidad (ASTM D1505) ^{2,3}	Cromatografía de permeación en gel (ASTM D6474) ^{1,2}	Tracción (ASTM D2990, D638) ^{2,3}	
Calorimetría diferencial de barrido (ASTM F2625) ^{1,2,3}	Viscosimetría en solución diluida (ASTM D2857, F4020) ^{1,2}	Fatiga (ASTM E647) ^{2,3}	
Tiempo de oxidación, temperatura de oxidación (ASTM D3895, D2009) ^{2,3}	Análisis de dilatación (ASTM D2765, F2214) ³	Integral J (ASTM D6068) ^{2,3}	
Evaluación de la fusión ²	Sol-gel (ASTM D2765) ^{2,3}	Creep (ASTM 2990) ^{2,3}	
		Impacto (ASTM)	

A continuación únicamente se desarrollará la teoría y metodología que será utilizada en este trabajo.

2.2 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE UHMWPE

Es sabido que el UHMWPE es un polímero duro debido al valor de su peso molecular y a su microestructura. De hecho el UHMWPE se ha usado regularmente como un agente endurecedor en el desarrollo de polímeros suaves (Boscoletto et al., 1997; Ranade et al., 2006). Debido a que es un polímero duro y dúctil, su desgaste en componentes de reemplazo de articulación, no es causado por mecanismos puramente de fatiga sino por un proceso de fatiga-fractura combinada (Lewis, 2001; Lewis et al., 1999). Pruebas uniaxiales de tracción, pruebas de impacto y múltiples métodos basados en los mecanismos de fractura se enfocan en la resistencia a la fractura de los polímeros.

La prueba uniaxial de tracción es uno de los métodos experimentales más simples y proporciona información esencial sobre el comportamiento mecánico y propiedades del material. Los resultados de esta prueba son típicamente mostrados en la curva esfuerzo-deformación, y donde el área bajo la curva proporciona un estimado de la energía total necesaria para deformar y fracturar la probeta. Esta energía generalmente es conocida como trabajo de fractura o tenacidad del material.

2.2.1 PRUEBA DE LA INTEGRAL-J

La prueba de la Integral-J indica la resistencia del material a la propagación de grietas bajo una deformación constante por tracción. Este resultado es reportado como la tenacidad del material. La norma ASTM D6068 describe la técnica para analizar este fenómeno en polímeros. En esta prueba, la probeta a ensayar, usualmente en forma compacta para tensión o una probeta para flexión a 3 puntos, ambas con una muesca inicial para provocar la falla. La norma ASTM D6068 recomienda un mínimo de siete muestras para generar la curva J-R (figura 2.2). El parámetro J es calculado a partir de la curva carga-desplazamiento. Investigadores reportan J_Q como la intersección de la curva $J-\Delta a$ con una tangente situada a 0.2mm. Esta técnica proporciona criterios para determinar si la prueba fue realizada en condiciones de deformación plana.

La curva J-R puede ser usada para evaluar la estabilidad de grietas en estructuras en presencia de un comportamiento dúctil, teniendo en cuenta las diferencias existentes entre las condiciones de campo y las de laboratorio. También la curva J-R puede depender de la orientación y propagación de la grieta en relación con la anisotropía del material la cual es producida por los métodos de fabricación de la probeta.

J representa la tasa de cambio de la energía potencial neta con respecto al crecimiento de grieta (por unidad de espesor del frente de la grieta) para un sólido elástico no lineal. También se puede entender como el flujo de energía en la punta de la grieta.

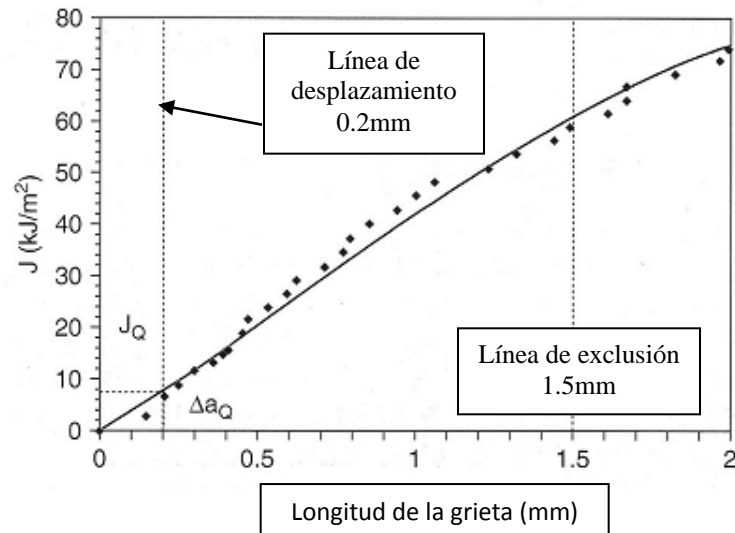


Figura 2.2. Curva J-R de una probeta compacta de UHMWPE a tensión (Kurtz, 2009).

En la norma ASTM D6068 se describe el procedimiento para llevar a cabo la caracterización de un polímero para determinar la curva J-R y también a partir de esta prueba se determina la tenacidad a la fractura del material ya que las condiciones de deformación plana son las mismas.

La norma cuenta con 2 especificaciones de probetas diferentes, las cuales dependen de la geometría del material y también de donde se quiera obtener una muestra para realizar una prueba. En la figura 2.3 se muestran las especificaciones y requerimientos para cada probeta basadas en la norma ASTM D6068.

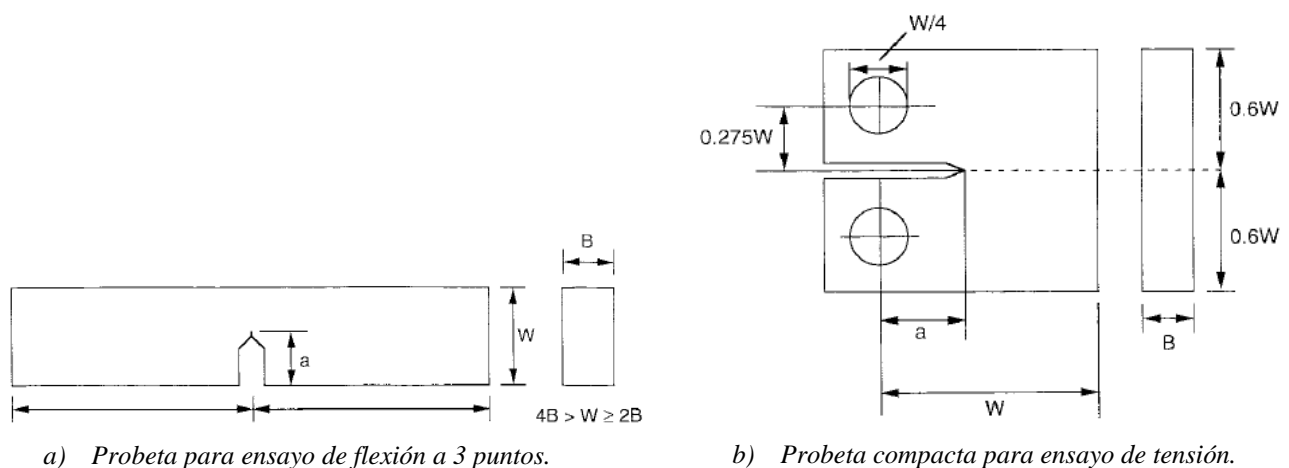


Figura 2.3. Probetas para el ensayo Integral J con dimensiones recomendadas por la norma ASTM D6068. Para la probeta de flexión existe una tolerancia para W de $\pm 0.005W$. Para la probeta compacta existe una tolerancia para W de $\pm 0.005W$ y para B de $W/2$ (ASTM D6068, 1996).

2.2.2 PRUEBA DE TENACIDAD A LA FRACTURA

Las probetas con una sola muesca, como las probetas en forma de disco, la probeta compacta y las de flexión a 3 puntos, son típicamente recomendadas para la evaluación de la tenacidad a la fractura basada en la prueba de Integral-J. Antes de la prueba, las probetas son precargadas bajo condiciones de fatiga o por una técnica de muescado para inducir condiciones similares de uso. Después de la precarga o de la realización de la muesca, la probeta es sometida a una carga constante bajo una velocidad de desplazamiento seleccionada para provocar una extensión de la grieta estable. De acuerdo con la norma ASTM E1820, se utiliza el método básico, el cual recurre a la medición de la longitud de la grieta de forma óptica.

En años recientes, se ha invertido un gran esfuerzo en la medición de la naturaleza de los fallos de los materiales. El término mecánica de fractura ha provocado el análisis general del fallo de materiales estructurales con defectos preexistentes. Este estudio se concentrará en una propiedad del material que es el parámetro de la mecánica de fractura más ampliamente utilizado. La tenacidad a la fractura se representa por el símbolo K_{IC} y es el valor crítico del factor de intensidad de esfuerzos en el frente de una grieta necesario para producir el fallo catastrófico bajo una carga uniaxial. El subíndice “I” hace referencia a un modo de carga I (uniaxial) y “C” hace referencia a crítico. En general, el valor de la tenacidad de fractura viene dado por

$$K_{IC} = Y\sigma_f\sqrt{\pi a} \quad (2.1)$$

donde Y es un factor geométrico adimensional de orden de la unidad, σ_f es el esfuerzo al que se presenta la fractura y a es la longitud de una grieta superficial. La tenacidad de fractura K_{IC} tiene unidades de MPa \sqrt{m} . Debe tenerse en cuenta que K_{IC} está asociado a condiciones de deformación plana, en las que el ancho de la probeta es relativamente grande en comparación con las dimensiones de la probeta en general. En el caso de probetas delgadas (condiciones de esfuerzos planos), la tenacidad de fractura se denomina K_C y es función del espesor de la probeta. Cuando el espesor es $> 2.5 (K_{IC}/\sigma_y)^2$, generalmente prevalecen las condiciones de deformación plana.

El concepto microscópico de tenacidad indicado por K_{IC} es coherente con el que ponen de manifiesto las medidas macroscópicas de los ensayos de tracción e impacto. Los materiales muy frágiles, con poca o ninguna capacidad de deformación plástica en las vecindades del frente de una grieta, tienen valores bajos de K_{IC} y presentan fallos catastróficos. Por el contrario, las aleaciones de elevada ductilidad experimentan una deformación plástica importante previa a la fractura tanto a escala microscópica como a la macroscópica.

Cuando las probetas se rompen en las pruebas a tracción, la falla por lo general se inicia en una grieta o defecto identificable dentro de la misma. Un método para obtener la estimación de la tenacidad del material se basa en la inspección de las superficies fracturadas y considerando condiciones de deformación plana, se puede llegar a un valor crítico el cual es considerado como la medida de la tenacidad a la fractura K_c .

Como en el caso de los metales, la fractura de los materiales poliméricos puede considerarse como frágil o dúctil, o intermedia. En general, se da que en los plásticos termoestables la fractura es principalmente de forma frágil. En los termoplásticos, por otra parte, la fractura puede darse en una forma frágil o dúctil. Si la fractura de un termoplástico tiene lugar por debajo de su temperatura de transición vítrea, entonces su fractura será principalmente frágil, mientras que si la fractura tiene lugar por encima de su temperatura de transición vítrea entonces el modo será dúctil. Por ello, la temperatura afectará su modo de fractura. Los plásticos termoestables calentados por encima de la temperatura ambiente se vuelven más débiles y la fractura se da a un nivel de carga menor, pero sigue fracturándose de forma frágil, dado que la red de enlaces covalentes se mantiene a una temperatura elevada. La velocidad de deformación es también un parámetro importante en el modo de fractura de los termoplásticos; con velocidades de deformación pequeñas se favorece la falla dúctil porque una velocidad de deformación pequeña permite un realineamiento de la cadena molecular.

En la norma ASTM E1820 se describe el procedimiento necesario para llevar a cabo la caracterización de un polímero para determinar el índice de tenacidad a la fractura. La norma cuenta con 3 especificaciones de probetas diferentes dependiendo el tipo de presentación del material con que se disponga. También recomienda probetas con una sola muesca y una grieta inicial como las probetas en forma de disco, la probeta compacta y la de flexión. Las especificaciones de la probeta compacta y de la de flexión son las mencionadas en la figura 2.3.

El objetivo de este método consiste en precargar una muestra para generar una grieta para inducir un crecimiento inestable de grieta (inestabilidad de fractura) o a un estable crecimiento de grieta. La inestabilidad de fractura resulta de un punto único cuyo valor de tenacidad a la fractura determina el punto de inestabilidad. Los valores de tenacidad a la fractura sirven para tener un mejor criterio al momento de llevar a cabo selección de materiales y comparación entre estos.

2.2.3 PRUEBA DE TRACCIÓN

El ensayo de tracción es quizá la más común de las pruebas mecánicas realizada en el UHMWPE. En esta prueba, una probeta con forma similar a las utilizadas para metales en el caso de productos planos, la cual en inglés se denomina “dogbone” es maquinada con base en las especificaciones de la norma ASTM D638 (existen varios tamaños de probeta descritos en la norma). Esta probeta es sometida a una velocidad de deformación constante hasta que llegue a la fractura. La carga y el desplazamiento de la probeta son medidos y convertidos a una curva esfuerzo-deformación, y a partir de la cual se determinará el

Módulo de Young (E), el esfuerzo de cedencia (σ_y), el esfuerzo último de tracción (σ_{UTS}) y el porcentaje de deformación. En la figura 2.4 se muestra un ejemplo de esta curva.

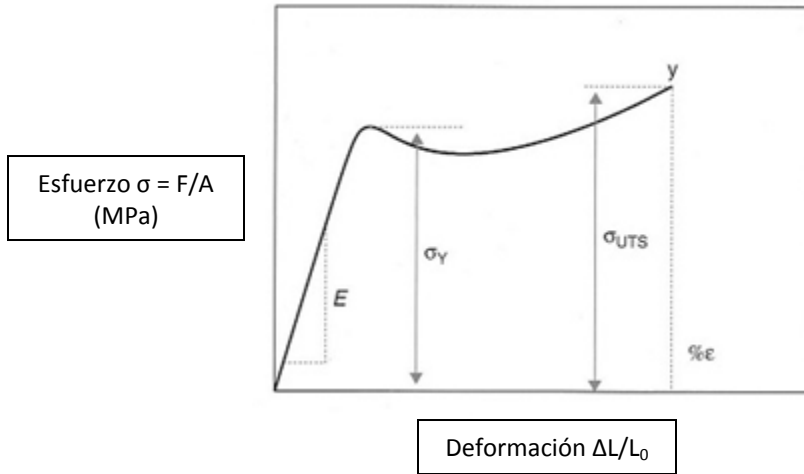


Figura 2.4. Curva típica en una prueba de tracción del UHMWPE, además se muestran los parámetros que pueden ser determinados (Kurtz, 2009).

El módulo de elasticidad es la pendiente inicial (elasticidad lineal) de la curva esfuerzo vs deformación. Este parámetro describe la respuesta a cargas de tracción o de compresión.

En materiales isotrópicos, el módulo es relacionado con los siguientes parámetros:

$$E = \frac{3G}{1 + G/3K} \quad G = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad K = \frac{E}{3(1 - 2\nu)} \quad (2.2)$$

Comúnmente:

$$\nu \approx \frac{1}{3} \quad G \approx \frac{3}{8}E \quad K \approx E \quad (2.3)$$

El módulo de rigidez a corte G describe la respuesta de la carga a corte, y el módulo de compresibilidad K a la respuesta de la presión hidrostática.

También de la prueba de tracción se puede determinar otro parámetro conocido con relación de Poisson (ν) que es la relación negativa de la deformación trasversal y la axial. Para el cálculo de este parámetro es necesario el uso de un extensómetro biaxial.

$$\nu = -\frac{\epsilon_2}{\epsilon_1} \quad (2.4)$$

En realidad la medida del módulo de elasticidad como la pendiente de la curva esfuerzo vs deformación es inexacta. Investigadores usualmente usan extensómetros para medir la deformación axial o biaxial de la probeta en una región específica. Entonces para una medición más precisa se hace una medición dinámica colocando el extensómetro en la parte estrecha de la probeta midiendo así la deformación elástica lineal.

Para los polímeros, σ_y se localiza en la zona donde la curva cambia notablemente a no lineal, esto típicamente es al 1% de deformación. Esto puede ser causado por el deslizamiento de las cadenas moleculares o por agrietamiento, la formación de una baja densidad y zonas con grietas.

El esfuerzo último de tensión σ_{UTS} es el esfuerzo nominal al cual el material presenta una fractura. En la norma ASTM D638 se describe el procedimiento necesario para llevar a cabo la caracterización de un polímero a tracción. La norma cuenta con 5 especificaciones de probetas diferentes dependiendo de las características del material y también con el tipo de presentación del material.

En la figura 2.5 se muestra los diferentes tipos de probetas, y en la tabla 2.3 se resumen las dimensiones de cada una.

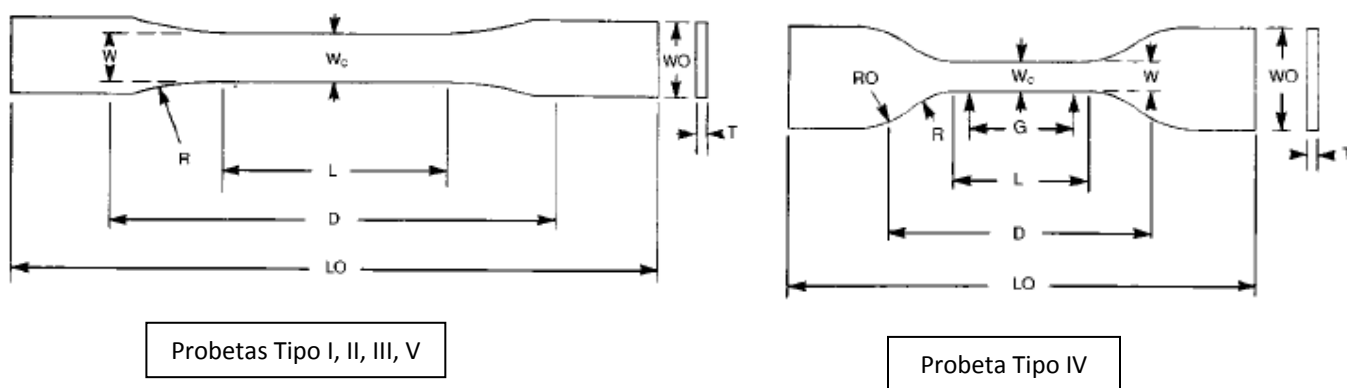


Figura 2.5. Tipos de probetas para la prueba de tracción (ASTM D638, 2003).

Tabla 2.3. Dimensiones de cada probeta según la norma ASTM D638 (ASTM D638, 2003).

Tipo	Dimensiones (mm)						
	(W) Ancho de la sección estrecha	(L) Longitud de la sección estrecha	(WO) Ancho total	(LO) Longitud total	(D) Distancia entre las mordazas	(R) Radio o chaflán	(RO) Radio exterior
I	13	57	19	165	115	76	---
II	6	57	19	183	135	76	---
III	19	57	29	246	115	76	---
IV	6	33	19	115	65	14	25
V	3.18	9.53	---	63.5	25.4	12.7	---
Tolerancia	±0.5	±0.5	+6.4	---	±5	±1	±1

La norma reconoce que estas probetas pueden ser obtenidas de material polimérico en forma de placa, bloques y moldeados. Para polímeros rígidos y semi-rígidos se pueden ocupar todos los tipos de probetas. El tipo I se usa cuando el material que se va a caracterizar tiene un espesor de 7 mm o menos disponible. El tipo II se suele usar cuando es probable que el material no se rompa en la zona estrecha. El tipo III es usado cuando el material que se va a caracterizar tiene un espesor mayor de 7 mm pero menor a 14 mm. El tipo IV se utiliza cuando se desea comparar directamente la rigidez entre materiales diferentes. Por último el tipo V se ocupa cuando solo se cuenta con un material de 4 mm de espesor o menos. Por otro lado, cada tipo de probeta requiere una velocidad de desplazamiento específica, las cuales son mostradas en la tabla 2.4.

Tabla 2.4. Designación de velocidad de desplazamiento para cada tipo de probeta (ASTM D638, 2003).

Clasificación del material	Tipo de probeta	Velocidad de desplazamiento (mm/min)
Rígido y Semi-rígido	I, II, III, varillas y tubos	5 ± 25%
		50 ± 10%
		500 ± 10%
	IV	5 ± 25%
		50 ± 10%
		500 ± 10%
	V	1 ± 25%
		10 ± 25%
		100 ± 25%

2.2.4 PRUEBAS PARA EVALUAR COMPORTAMIENTO VISCOELÁSTICO

Para evaluar la viscoelasticidad de un material existen diversas pruebas que se han realizado a lo largo de los años. Para la caracterización de un material viscoelástico, los experimentos normalmente consisten en llevar a cabo pruebas de carga uniaxiales, a tracción o a compresión de tal forma que se aprecie la dependencia que tiene la respuesta del material en función del tiempo. A pesar de la amplia gama de pruebas que existen para materiales viscoelásticos, las más comunes se dividen en dos grandes grupos que son: pruebas estáticas y dinámicas. En este trabajo solo lo describirán las pruebas estáticas, ya que son las que serán evaluadas.

Pruebas estáticas: este tipo de pruebas tiene la característica que ya sea la carga o el desplazamiento (dependiendo del tipo de prueba que se realice) son el parámetro a controlar y se mantiene constante durante todo el proceso. El objetivo es observar el comportamiento del material sometido a esfuerzo o deformación constante en periodos de tiempo (1, 6, 12 ó 30 min o también 1, 2, 5, 20, 50, 100, 200, 500, 700 y 1000 horas, dependiendo también de las propiedades del material y con base en las recomendaciones de la norma correspondiente), se subdividen en los siguientes dos grupos.

- Relajación de esfuerzos: consiste en aplicar una precarga inicial σ_0 uniaxial a la probeta a ensayar y una vez alcanzado dicho valor, continuar la prueba a deformación constante y monitorear cómo varía el esfuerzo a lo largo del tiempo. La figura 2.8 muestra la curva típica que arrojan este tipo de pruebas.
- “Creep”: consiste en monitorear la deformación en la probeta de prueba a lo largo del tiempo mientras se aplica una carga constante uniaxial (ya sea a tracción o compresión). La figura 2.9 muestra la curva típica que se obtiene de esta prueba.

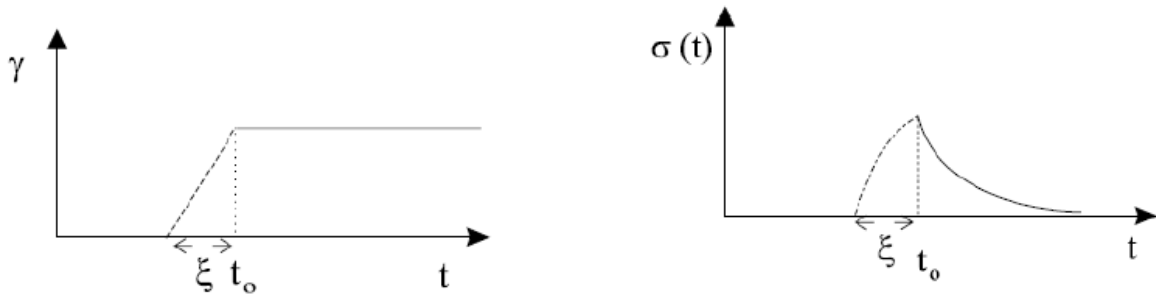


Figura 2.8. Curva típica de una prueba de relajación de esfuerzos.

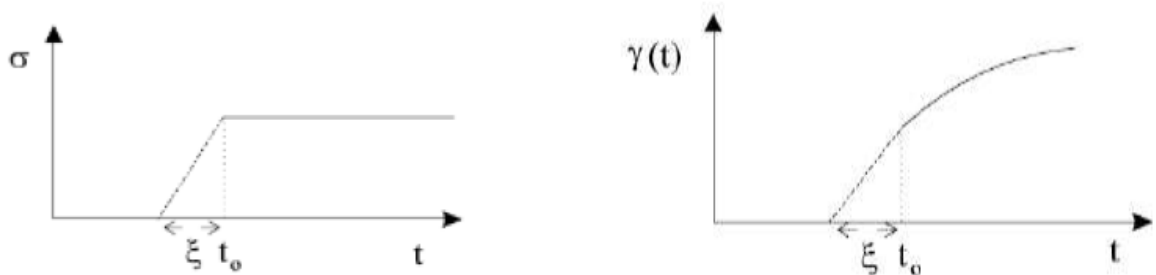


Figura 2.9. Curva típica de una prueba de “Creep”.

2.2.5 PRUEBA DE RELAJACIÓN DE ESFUERZOS

En la norma ASTM E328 se describe el procedimiento necesario para la prueba. La norma cuenta con 4 métodos diferentes para generar una gráfica de relajación de esfuerzos. Estos métodos son por tracción, compresión, flexión y torsión. La elección de cada uno de estos depende de las condiciones a la que está sometida alguna pieza y también con la geometría de la muestra a analizar. En este caso se ocupará el método para prueba de relajación de esfuerzos bajo tracción.

A partir de los datos obtenidos en una prueba de relajación de esfuerzos se predice la capacidad del material a relajar altas concentraciones de esfuerzo tales como muescas, grietas, agujeros, chaflanes, etc. También estos datos son de ayuda para elegir qué tipo de tratamiento térmico usar para eliminar los esfuerzos internos residuales provocados por algún proceso de conformado, maquinado e inyección.

Las causas moleculares de la relajación de esfuerzos son variadas, éstas pueden ser agrupadas en cuatro categorías generales:

- Dislocación de las cadenas. La degradación por oxidación y la hidrólisis son las primeras causas.
- Intercambio de enlaces. Mientras esto no es degradación en el sentido de que el peso molecular disminuye, una porción de las moléculas cambia de enlace y esto provoca una liberación de esfuerzos.
- Flujo viscoso. Causado por el deslizamiento de las cadenas lineales una sobre otra. Este mecanismo es responsable del flujo viscoso en el extruido de tuberías bajo cierto esfuerzo.
- Relajación molecular, especialmente cercano a T_g . Cuando el polímero se encuentra sometido a una carga y cerca de T_g , este tiende a liberar esfuerzo.

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA DE CARACTERIZACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1 PRUEBA DE TRACCIÓN

Preparación de la probeta

A partir de la placa de UHMWPE Tivar® 1000, se cortaron 8 secciones rectangulares de 165x19 mm y 4 mm de espesor (figura 3.1). Los cortes se realizaron con una sierra rotatoria para madera de 56 dientes a una velocidad aproximada de 3500 RPM.



Figura 3.1. Secciones rectangulares de UHMWPE.

Cuatro de estas secciones rectangulares fueron cortadas del canto de la placa, y las otras cuatro sobre la cara de la placa de UHMWPE, esto se hizo con el objetivo de observar el comportamiento mecánico del polímero, comparando las propiedades obtenidas en las pruebas.

Posteriormente las secciones rectangulares fueron maquinadas a través de control numérico a las dimensiones de la probeta tipo I mostradas en la figura 3.2. Las dimensiones y requerimientos de las probetas de tracción, están basadas en la norma ASTM D638.

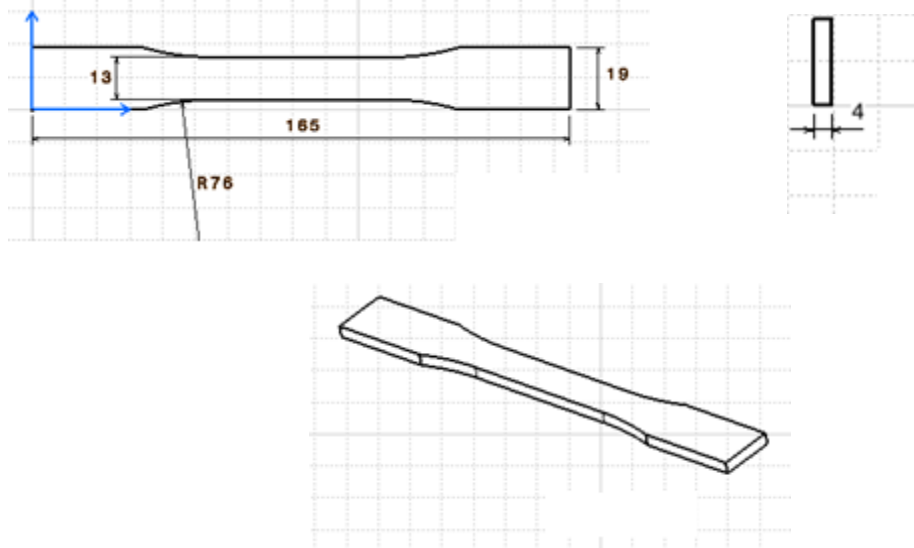


Figura 3.2. Dimensiones de la probeta de tracción tipo I. (Las tolerancias de las dimensiones se observan en la pág. 33 de esta tesis).

Procedimiento de la prueba de tracción

Una vez maquinadas las probetas, en el momento en que se realizó la prueba, fueron medidas para ingresar sus dimensiones exactas a la base de datos de la computadora para comenzar con la prueba.

Al colocar las probetas en las mordazas de la máquina universal, cada mordaza debe sujetar 2.5 cm de cada probeta según la norma ASTM D638.

El extensómetro se colocó en la región estrecha de la probeta en donde se mide la deformación elástica (figura 3.3).



Figura 3.3. Extensómetro colocado en la región estrecha de la probeta.

La velocidad de desplazamiento recomendada por la norma ASTM D638 que se le aplicó al ensayo fue de 5 mm/min ó 0.0005 s^{-1} , realizando 4 pruebas para las obtenidas del canto de la placa, y 4 para las obtenidas sobre la cara de la placa, misma cantidad de muestras ocupadas por Kurtz et al., en el 2002.

3.2 RESULTADOS PRUEBA DE TRACCIÓN

A partir de los resultados de la prueba de tracción, se determinarán sus parámetros más importantes, como Módulo de Young (E), el esfuerzo de cedencia (σ_y), el esfuerzo último (σ_{UTS}) y el porcentaje de deformación.

La máquina universal de ensayos mide la carga aplicada y el desplazamiento del cabezal, estos datos se usaron para construir las curvas esfuerzo-deformación, a partir de estas curvas y del comportamiento físico mostrado durante la prueba, se concluye que para las probetas que fueron obtenidas del canto de la placa su comportamiento mecánico es muy variado entre ellas. Esto se observa en la figura 3.4 y 3.5.

En la curva esfuerzo deformación de las probetas obtenidas del canto de la placa, se observa que existe una variación entre el porcentaje de deformación. Esto en primer lugar está definido por el proceso de manufactura del polímero, ya que simplemente al ser la región perpendicular al alineamiento de las cadenas, entonces las propiedades son más variables lo que provoca que las probetas tengan un comportamiento mecánico muy diferente entre sí. Por otro lado, otro factor que podemos controlar es la manufactura de las probetas la cual puede provocar concentraciones de esfuerzos provocando este tipo de comportamiento. Esto se aprecia tanto en la figura 3.4 como en la tabla 3.1 donde los valores del esfuerzo de cedencia, esfuerzo último, módulo de elasticidad y deformación máxima muestran un amplio rango de valores.

Dos de estas probetas tuvieron un comportamiento totalmente frágil, caracterizado por el porcentaje de deformación y la forma física de fractura. Este comportamiento se le puede atribuir además de la distribución de las cadenas poliméricas, al corte y maquinado de las probetas en donde se pudo haber presentado una concentración de esfuerzos en el lugar en donde la probeta inició la fractura. En la probeta 2 de la figura 3.4 se observa el valor más elevado en el esfuerzo de cedencia seguido inmediatamente por fractura frágil, además dado el comportamiento de la curva esfuerzo-deformación, los resultados de esta probeta no se considerarán como válidos.

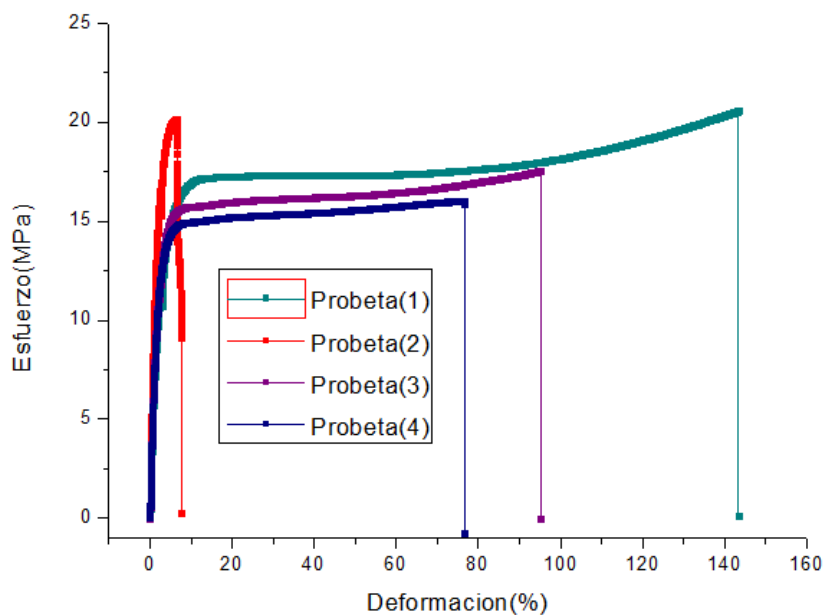


Figura 3.4. Curva esfuerzo-deformación de las probetas obtenidas del canto de la placa (por su dispersión el ensayo indicado en rojo deberá ser descartado).



a)



b)

Figura 3.5. a) Probeta antes del ensayo de tracción. b) Resultado físico de las probetas obtenidas del canto de la placa después de la prueba de tracción.

Tabla 3.1. Resultados del ensayo de tracción de las probetas obtenidas del canto de la placa.

Probeta	P max (N)	σ_v (MPa)	σ_{UTS} (MPa)	E (MPa)	ϵ_{max} (%)	STATUS
1	1068.783	15.60	20.57	5.53	143.32	Aprobada
2	1045.831	19.66	9.10	7.80	2	Rechazada
3	911.331	14.69	17.54	5.63	95.084	Aprobada
4	833.845	13.56	16.05	5.62	76.529	Aprobada

En la tabla 3.2 se muestra la media aritmética y la desviación estándar del esfuerzo de cedencia, esfuerzo máximo y módulo de elasticidad respectivamente.

Tabla 3.2. Media aritmética de las propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de tracción de las probetas obtenidas del canto de la placa.

Propiedad	Media	Desviación Estándar
Esfuerzo de Cedencia (σ_v)	14.61	1.021
Esfuerzo Máximo (σ_{UTS})	18.05	2.303
Módulo de Elasticidad (E)	5.59	0.055

En el caso del esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo, la desviación estándar nos indica el efecto en las propiedades mecánicas que pueden tener el proceso de manufactura del polímero, la distribución de las cadenas poliméricas y el maquinado de la probeta, sin embargo, para el módulo de elasticidad se tiene un valor de desviación estándar muy pequeño, y lo que sucede es que este es medido cuando la deformación de la probeta es elástica, lo que significa que los factores como el proceso de manufactura del polímero y maquinado de la probeta, no tienen un efecto tan significativo en esta propiedad.

El extensómetro se colocó desde que inicia la prueba y se retira cuando la probeta ha alcanzado un valor medio de 2.4% de deformación.

A diferencia de las probetas obtenidas del canto, las probetas obtenidas sobre la cara de la placa muestran un comportamiento mecánico muy similar. Esto se observa en las curvas esfuerzo-deformación y los parámetros obtenidos de cada una de ellas (figura 3.6 y 3.7).

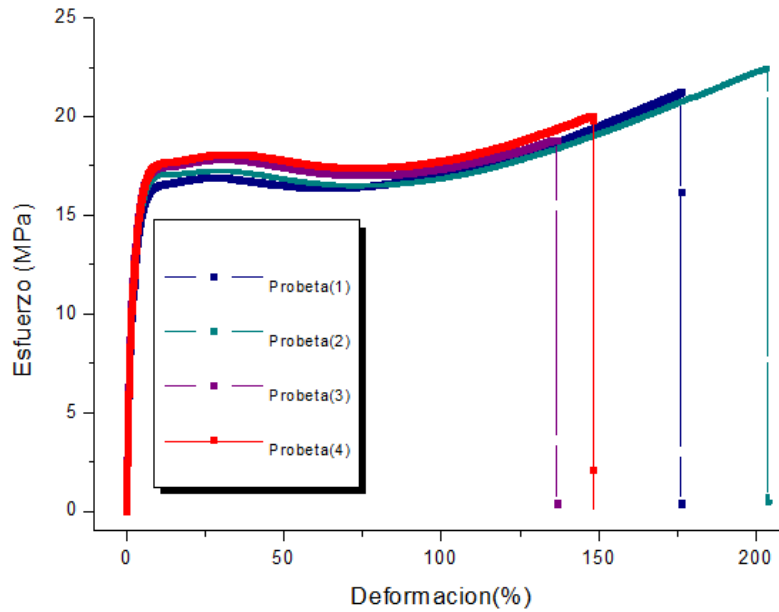
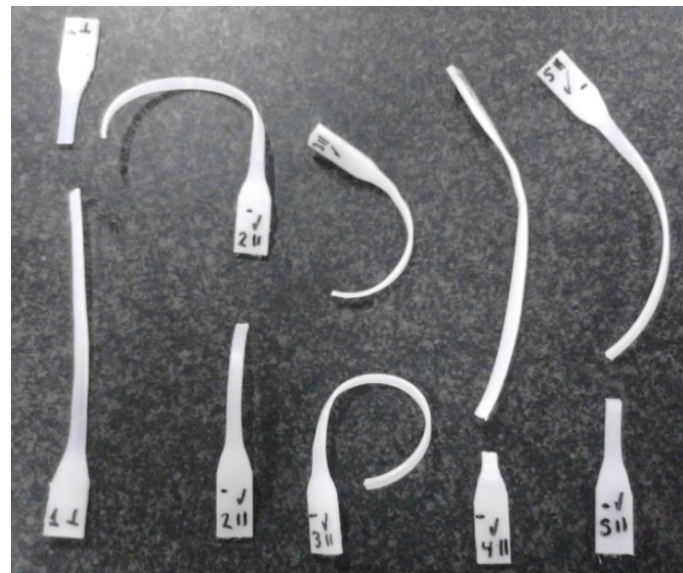


Figura 3.6. Curva esfuerzo-deformación de las probetas obtenidas sobre la cara de la placa.



a)



b)

Figura 3.7. a) Probeta antes del ensayo de tracción. b) Resultado físico de las probetas obtenidas sobre la cara de la placa después de la prueba de tracción.

Los valores obtenidos de esfuerzo de cedencia, esfuerzo último, módulo de elasticidad y deformación máxima son más homogéneos entre las cuatro probetas obtenidas sobre la cara de la placa. El valor de deformación máxima aún muestra discrepancias, pero lo más interesante es ver como la deformación final resulta de hasta el 200%, resultado dado por el acomodo de las cadenas que son paralelas a la manufactura de la placa.

De manera general, para ambos tipos de probetas, en cierto momento de la prueba existe un reacondo de las cadenas dando pie al aumento en el valor del esfuerzo. Este aumento se aprecia más en la figura 3.6 de la curva esfuerzo-deformación de las probetas obtenidas sobre la cara de la placa.

En la tabla 3.3 se muestran los valores del esfuerzo de cedencia, esfuerzo máximo, módulo de elasticidad y deformación máxima los cuales son más homogéneos, entonces los resultados de las cuatro probetas se considerarán como válidos. En la tabla 3.4 se muestra la media aritmética y la desviación estándar de las propiedades antes citadas.

Tabla 3.3. Resultados del ensayo de tracción de las probetas obtenidas sobre la cara de la placa.

Probeta	P max (N)	σ_y (MPa)	σ_{UTS} (MPa)	E (MPa)	ϵ_{max} (%)	STATUS
1	1103.497	16.45	21.28	5.27	176.92	Aprobada
2	1167.774	17.04	22.47	5.92	204.12	Aprobada
3	978.089	17.39	18.79	6.07	136.78	Aprobada
4	1042.128	17.56	20.05	5.97	148.4	Aprobada

Tabla 3.4. Media aritmética de las propiedades mecánicas de la prueba de tracción de las probetas obtenidas sobre la cara de la placa.

Propiedad	Media	Desviación Estándar
Esfuerzo de Cedencia (σ_y)	17.11	0.490
Esfuerzo Máximo (σ_{UTS})	20.65	1.584
Módulo de Elasticidad (E)	5.80	0.363

Ahora para el caso de las probetas obtenidas sobre la cara de la placa, los valores de desviación estándar fueron más homogéneos. Sin embargo, la probeta 3 ocasionó un valor mayor en la desviación estándar para el esfuerzo máximo. En la figura 3.6 se observa que la probeta 3 fue la que tuvo valores menores tanto para el esfuerzo máximo como para la deformación máxima, lo que se puede suponer es que el reacondo final de las cadenas de esta probeta no fue similar que el de las demás.

Analizando el valor del módulo de elasticidad de ambos tipos de probetas, resulta que es un valor muy similar (3.62% de diferencia). Como ya se explicó anteriormente, esta propiedad no es afectada por los factores ya mencionados.

Los resultados obtenidos en la prueba de tracción se consideran buenos ya que se comparan con los resultados obtenidos por Khan et al., en 2011 y Kurtz et al., en 2002.

La razón por la que el material ensayado en este trabajo (Tivar® 1000) no alcanza valores tan altos de esfuerzo de cedencia ni de esfuerzo máximo como los obtenidos por los demás autores ya mencionados, se debe a que el material utilizado es puramente virgen, esto significa que no tiene ningún proceso térmico ni tampoco ninguna dosis de radiación además de la calidad del acabado de las probetas.

3.3 PRUEBA DE RELAJACIÓN DE ESFUERZOS

Preparación de la probeta

La norma ASTM E328 especifica que las probetas utilizadas en la prueba de relajación de esfuerzos deben ser con la geometría de las de la prueba de tracción tipo I o II de la norma ASTM D638 o de la ASTM E8. Por facilidad, en esta prueba se utilizaron las probetas tipo I (ASTM D638). Cuando el material a caracterizar es anisotrópico, las probetas para la prueba de relajación de esfuerzos deben ser cortadas en las dos direcciones principales del material (ASTM E328).

Procedimiento de la prueba de relajación de esfuerzos

La ASTM E328 indica que en las pruebas de relajación de esfuerzos que se realizan a una sola temperatura de prueba, se necesitan 2 muestras a probar para cada valor de carga con la finalidad de tener resultados comparativos.

Los niveles de carga que se ocuparon para las pruebas fueron: 300N, 400N y 500N, tomados por debajo del valor máximo de carga y dentro del rango elástico. Las probetas fueron colocadas de la misma forma que las de la prueba de tracción.

El sistema de adquisición de datos de la máquina universal de ensayos obtiene el tiempo y la carga durante la prueba. Una vez que se colocó la probeta, se aplicó la carga seleccionada a una velocidad de deformación de 5 mm/min ó 0.0005 s^{-1} según la ASTM E328 y lo utilizado por Khan et al., en 2011. Para cada valor de carga, las probetas se sometieron a un tiempo de 3 horas en el cual previamente en una muestra se observó que en ese tiempo la carga ya casi no variaba considerándola como constante. Además de lo observado en el trabajo de Khan et al., en 2011 donde para 5400 s la línea de relajación aún conserva cierta pendiente.

3.4 RESULTADOS PRUEBA DE RELAJACIÓN DE ESFUERZOS

A partir de los resultados obtenidos en la prueba de relajación de esfuerzos durante tres horas (10800 s) a cada probeta, se obtienen las gráficas esfuerzo-tiempo y a partir de estas se determinarán sus parámetros más importantes, como el σ_{RELAX} y el porcentaje de reducción de esfuerzo. En la figura 3.8 se muestra el esfuerzo en función del tiempo para las probetas obtenidas sobre la cara de la placa cargadas a 300, 400 y 500N, en cada uno de los pares de carga se observa un comportamiento similar.

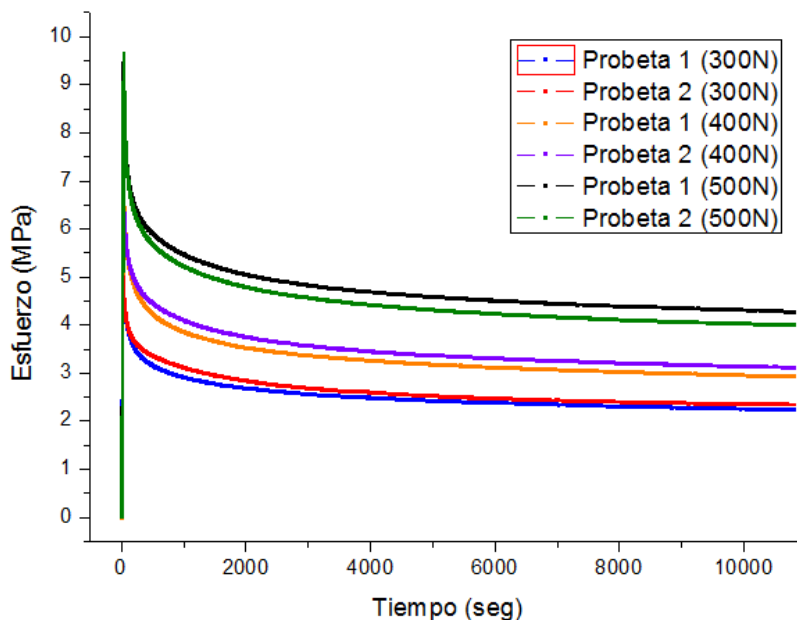


Figura 3.8. Gráfica esfuerzo vs tiempo de las probetas obtenidas sobre la cara de la placa.

En la tabla 3.5 se muestran los valores del esfuerzo de precarga experimental, así como el esfuerzo de relajación para cada una de las precargas aplicadas a las probetas obtenidas sobre la cara de la placa. La tabla 3.6 muestra los resultados de la media aritmética para cada precarga así como el valor de la desviación estándar.

Tabla 3.5. Resultados de la prueba de relajación de esfuerzos de las probetas obtenidas sobre la cara de la placa.

Probeta	Precarga (N)	Esfuerzo de Precarga teórico (MPa)	Esfuerzo de Precarga experimental σ_0 (MPa)	% error	σ_{RELAX} (MPa)
1	300	5.76	5.77	0.17	2.25
2	300	5.76	5.77	0.17	2.35
1	400	7.69	7.68	0.13	2.93
2	400	7.69	7.71	0.26	3.12
1	500	9.61	9.62	0.10	4.28
2	500	9.61	9.64	0.31	4.08

Tabla 3.6. Media aritmética de los valores de σ_{RELAX} obtenidos para cada precarga de las probetas obtenidas sobre la cara de la placa.

Precarga (N)	Esfuerzo de precarga (MPa)	Media σ_{RELAX} (MPa)	Desviación Estándar
300	5.76	2.30	0.070
400	7.69	3.02	0.134
500	9.61	4.18	0.141

El hecho de que la desviación estándar se comporte de esta forma, aumentado su valor conforme el valor de carga aumente, se debe a que se trabajó con una celda de carga de 100 KN. En esta prueba se utilizaron cargas de 300, 400 y 500N, razón por la cual podrían presentarse errores en la experimentación debido a que quizás la celda de carga de la máquina universal de ensayos no pueda proporcionar la exactitud requerida al tratarse de cargas pequeñas.

En la figura 3.9 se muestra el esfuerzo en función del tiempo para las probetas obtenidas del canto de la placa cargadas a 300, 400 y 500N. En cada uno de los pares de carga se observa un comportamiento similar.

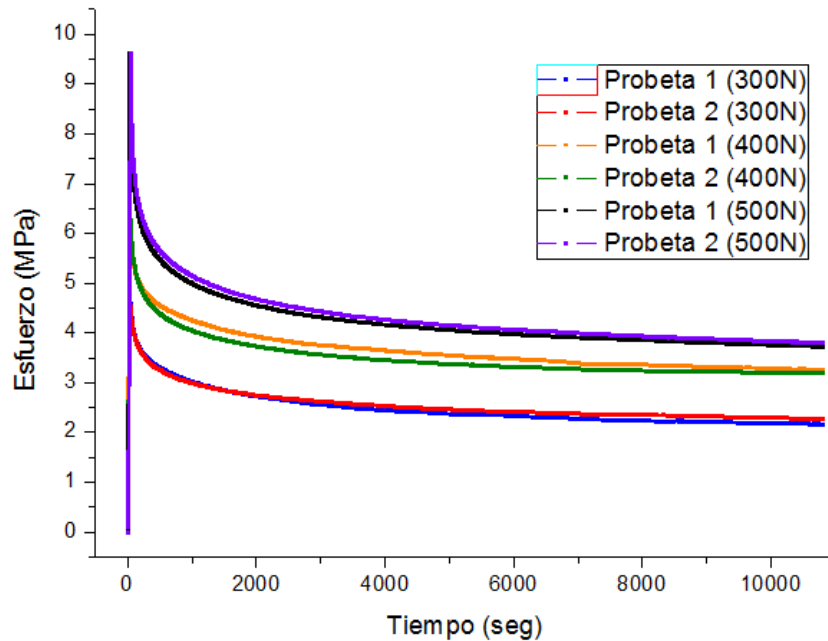


Figura 3.9. Gráfica esfuerzo vs tiempo de las probetas obtenidas del canto de la placa.

En la tabla 3.7 se muestran los valores del esfuerzo de precarga experimental, así como el esfuerzo de relajación para cada una de las precargas aplicadas a las probetas obtenidas del canto de la placa. La tabla 3.8 muestra los resultados de la media aritmética para cada precarga así como el valor de la desviación estándar.

Tabla 3.7. Resultados de la prueba de relajación de esfuerzos de las probetas obtenidas del canto de la placa.

Probeta	Precarga (N)	Esfuerzo de Precarga teórico (MPa)	Esfuerzo de Precarga experimental σ_0 (MPa)	% error	σ_{RELAX} (MPa)
1	300	5.76	5.76	0	2.17
2	300	5.76	5.77	0.17	2.27
1	400	7.69	7.70	0.13	3.27
2	400	7.69	7.70	0.13	3.21
1	500	9.61	9.62	0.10	3.73
2	500	9.61	9.62	0.10	3.81

Tabla 3.8. Media aritmética de los valores de σ_{RELAX} obtenidos para cada precarga de las probetas obtenidas del canto de la placa.

Precarga (N)	Esfuerzo de precarga (MPa)	Media σ_{RELAX} (MPa)	Desviación Estándar
300	5.76	2.22	0.070
400	7.69	3.24	0.042
500	9.61	3.77	0.056

Para el caso de las probetas obtenidas del canto de la placa, el efecto de la carga no afecta tanto al valor de la desviación estándar. Lo que se puede concluir respecto al valor de la desviación estándar, es que los valores obtenidos en el esfuerzo de relajación (σ_{RELAX}) son más cercanos entre sí.

En los resultados obtenidos en la prueba de relajación de esfuerzos, se puede comparar el comportamiento mecánico que tiene cada una de las probetas obtenidas de las direcciones principales diferentes. En la figura 3.8, la curva caracterizada por las probetas obtenidas sobre la cara de la placa se observa a simple vista como las curvas tardan más tiempo en decaer y comportarse de manera horizontal comparadas con las curvas de la figura 3.9 de las probetas obtenidas del canto de la placa que esta llega su valor de relajación en un tiempo más corto, además el valor del esfuerzo de relajación es menor para estas probetas. De manera general, el deslizamiento de las cadenas de las probetas obtenidas del canto de la placa provocan un valor menor en el esfuerzo de relajación debido a que estas no son paralelas a la extrusión de la misma (Kurtz et al., 2002). En otras palabras, el porcentaje de reducción de esfuerzos para las probetas obtenidas sobre la cara de la placa es menor respecto al porcentaje de reducción de esfuerzos de las probetas obtenidas del canto.

Continuando con el análisis de resultados, se procedió al cálculo del porcentaje de reducción del esfuerzo aplicado. En la tabla 3.9 se muestra el valor de la respuesta a la carga teórica aplicada (σ_o teórica), así como el valor experimental de la misma (σ_o experimental), es a partir de esta última que se calculó el porcentaje de reducción de esfuerzo en cada una de las probetas.

Tabla 3.9. Porcentaje de reducción del valor medio de σ_{RELAX} con respecto al valor de σ_o experimental para cada carga aplicada.

Carga (N)	σ_o teórica (MPa)	Media del σ_o experimental (MPa)	Media del σ_{RELAX} (MPa)	Porcentaje de reducción (%)
Cara de la placa				
300	5.76	5.765	2.3	60.10
400	7.69	7.69	3.025	60.66
500	9.61	9.63	4.18	56.60
Canto de la placa				
300	5.76	5.765	2.22	61.49
400	7.69	7.70	3.24	57.92
500	9.61	9.62	3.77	60.81

Como se aprecia, los porcentajes de reducción se encuentran entre 56 y 61%, este valor fue muy similar para todos los casos, por lo que se concluye que sin importar el valor de la carga, el porcentaje de reducción será el mismo.

Otra parte del análisis de resultados consistió en realizar una curva relativa, esto es, la variación del esfuerzo aplicado (σ) dividido entre (σ_0) en función del tiempo. La figura 3.10 y 3.11 muestran las curvas normalizadas de las probetas obtenidas sobre la cara de la placa y de las obtenidas del canto de la placa respectivamente para cada nivel de carga.

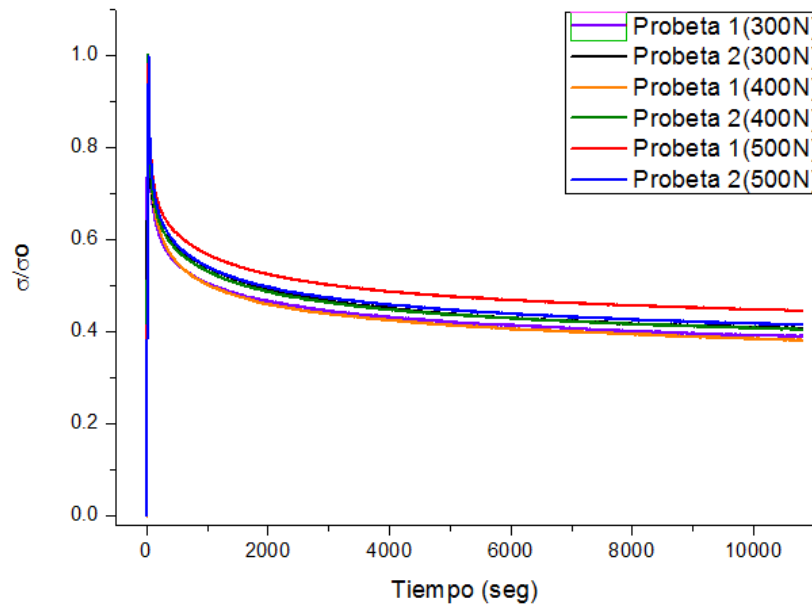


Figura 3.10. Curva relativa de las curvas de relajación de esfuerzos respecto a σ_0 de las probetas obtenidas sobre la cara de la placa.

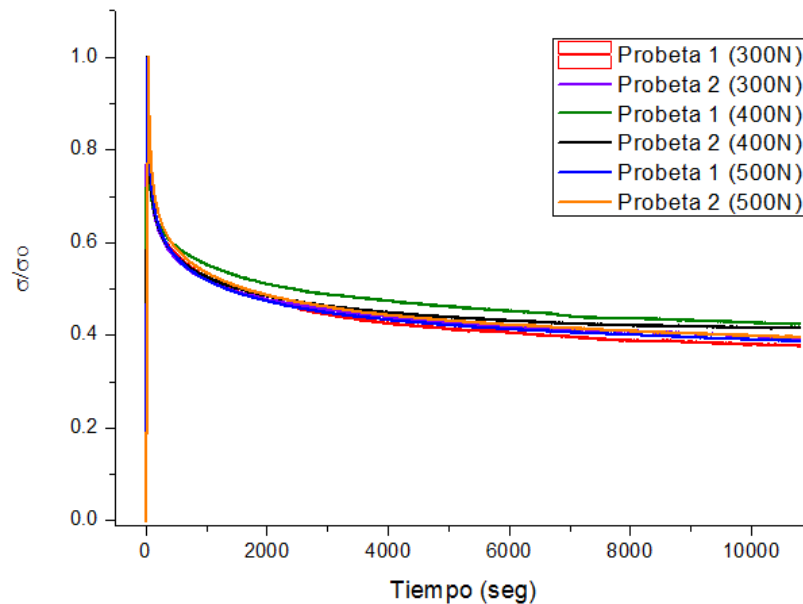


Figura 3.11. Curva relativa de las curvas de relajación de esfuerzos respecto a σ_0 de las probetas obtenidas del canto de la placa.

En las figuras 3.10 y 3.11 se observa que las curvas están más cerca entre sí y que unas de ellas incluso coinciden. Esta coincidencia y comportamiento afirma que el porcentaje de reducción de esfuerzos es independiente de la magnitud de la carga, no solo al haber alcanzado la probeta un estado estable, sino prácticamente durante todo el tiempo de la prueba. Tanto para las probetas obtenidas del canto como las obtenidas sobre la cara de la placa, se observa que a partir del segundo 8000 aproximadamente, las curvas se acercan más entre sí dejando una mínima diferencia entre ellas, esto es, que alrededor del 74% del tiempo de prueba, las curvas de relajación se homogenizan sin importar la magnitud de la carga inicial.

En busca de complementar el análisis, los resultados se ajustaron a un modelo matemático presentado en Iyo et al., en 2003, quien trabajo con el modelo de relajación KWW, que describe el comportamiento del módulo de elasticidad en función del tiempo durante la relajación de esfuerzos. Este es un modelo general para pruebas de relajación de esfuerzos, en donde los coeficientes obtenidos son particulares de cada material.

En este caso se hizo una modificación al modelo KWW tradicional para que ahora describa la variación del esfuerzo en función del tiempo, en busca de obtener 5 constantes particulares para el material sin importar el valor de la carga inicial, se normalizó el modelo a σ_0 de tal forma que se trabajó con la siguiente ecuación:

$$\frac{\sigma(t)}{\sigma_0} = A_1 \exp \left[- \left(\frac{t}{\tau_1} \right)^\beta \right] + (1 - A_1) \exp \left[- \left(\frac{t}{\tau_2} \right)^\gamma \right], \quad [0 < A_1, \beta, \gamma < 1] \quad (3.1)$$

Se realizó un ajuste matemático al modelo de la ecuación 3.1, buscando optimizar los valores de A_1 , β , γ , τ_1 y τ_2 para que estos describieran de la mejor manera la relación $\sigma(t)/\sigma_0$. Como las curvas relativas de los tres niveles de carga eran muy similares entre sí, se obtuvo una curva promedio representativa y sobre esta se hizo el ajuste obteniendo los valores presentados en la tabla 3.10.

Tabla 3.10. Valores obtenidos para el ajuste matemático de la ecuación 3.1.

Tipo de probeta	A_1	β	γ	τ_1 (seg)	$\tau_2 \times 10^5$ (seg)
Probetas obtenidas sobre la cara de la placa	0.483	0.336	0.338	131.934	6.150
Probetas obtenidas del canto de la placa	0.491	0.337	0.337	131.776	6.150

En la figura 3.12 se muestran las curvas promedio del esfuerzo relativo en función del tiempo para los tres niveles de carga aplicada para las probetas obtenidas sobre la cara y canto de la placa, así como las curvas que se obtienen a partir de la ecuación 3.1 y los valores obtenidos. Para ambos tipos de probeta se observa que tanto para las curvas promedio como para las curvas obtenidas a partir del modelo de la ecuación 3.1 se ajustan perfectamente entre sí.

Haciendo un análisis minucioso, se observó que en la parte en donde las curvas cambian de pendiente, para las probetas obtenidas del canto de la placa, la curva del modelo KWW se aleja apenas un 2% respecto a su curva promedio. De tal manera que después de observar los valores de los coeficientes obtenidos del modelo de la ecuación 3.1 para ambos tipos de probetas y después de ver el comportamiento que tienen en la curva 3.12, se concluye que las propiedades en las direcciones principales son significativas.

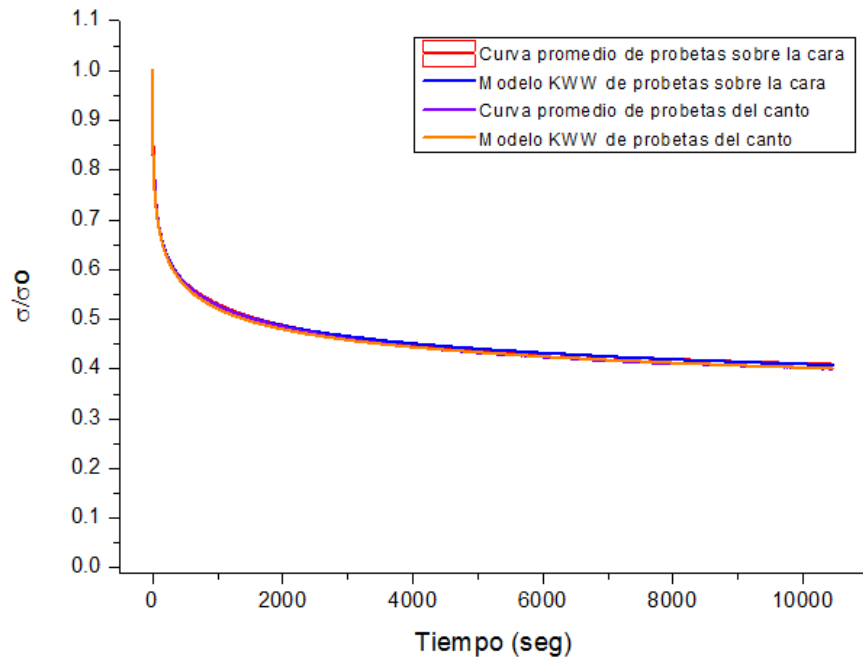


Figura 3.12. Gráfica del esfuerzo relativo (σ/σ_0) en función del tiempo de las curvas promedio de los 3 niveles de carga para las probetas obtenidas sobre la cara y canto de la placa. También se presentan las curvas obtenidas mediante la ecuación 3.1 y se observa la relación de estas con los resultados experimentales.

3.5 TENACIDAD A LA FRACTURA

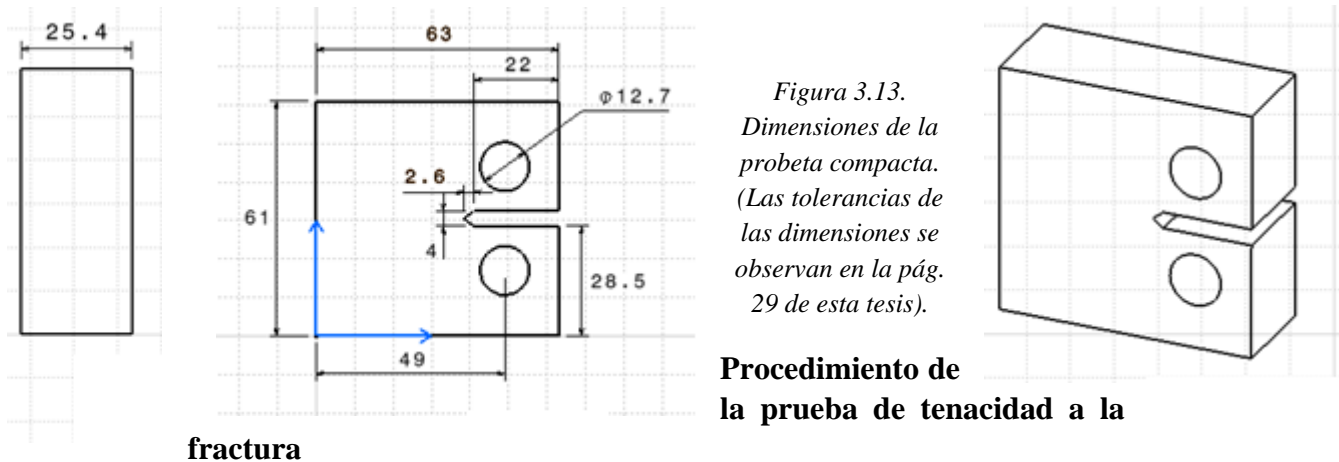
EL objetivo de esta prueba es determinar el índice de tenacidad a la fractura a partir de las curvas carga-desplazamiento y esfuerzo-deformación.

Preparación de la probeta

A partir de la placa de UHMWPE Tivar® 1000 de 60 x 60 x 2.54 cm, se cortaron 7 probetas compactas a las dimensiones de la figura 3.13 (la norma solo recomienda cierta cantidad de probetas para esta prueba, pero como la geometría y condiciones de las mismas para la prueba de tenacidad a la fractura son iguales que las dimensiones y condiciones de las probetas para la prueba de integral J, se ocuparon la misma cantidad). La placa fue cortada con una sierra rotatoria para madera con un disco 56 dientes y a una velocidad aproximada de 3500 RPM.

Después con la misma sierra rotatoria se realizó la muesca ajustando la sierra a la dimensión que se muestra en la figura 3.13. Posteriormente se hicieron los barrenos de ½” con un taladro, ocupando una probeta patrón de acero de un ensayo de tenacidad a la fractura.

Por último, se creó una pequeña grieta con una longitud no menor al 5% de la longitud total de la muesca colocando la probeta en una prensa junto con una hoja de afeitador (ASTM E1820).



Para comenzar la prueba primero se midió cada probeta para ingresar sus dimensiones a la computadora. Posteriormente se colocaron las mordazas de tracción (para probeta compacta) y con los pernos se fijó la probeta en las mordazas (figura 3.14).



Figura 3.14. Colocación de la probeta en la máquina universal.

Una vez colocada la probeta, se hizo la prueba de tenacidad a la fractura a una velocidad de desplazamiento de 5 mm/min ó 0.00136 s^{-1} recomendado por la norma ASTM E1820.

Después de realizada la prueba, se obtuvo la curva carga-desplazamiento la cual ayudó a obtener el índice de tenacidad a la fractura.

3.6 RESULTADOS TENACIDAD A LA FRACTURA

Para determinar el índice de tenacidad a la fractura se utilizó la siguiente ecuación:

$$K_{IC} = \frac{P_Q}{BW^{\frac{3}{2}}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (3.2)$$

donde:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \left[\frac{\left(2 + \frac{a}{W}\right) \left(0.886 + 4.64 \frac{a}{W} - 13.32 \frac{a^2}{W^2} + 14.72 \frac{a^3}{W^3} - 5.6 \frac{a^4}{W^4}\right)}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{\frac{3}{2}}} \right] \quad (ASTM E1820)$$

Siendo:

- P_Q ; valor más alto de carga
- B ; ancho de las probeta
- a ; longitud de la muesca

Entonces se obtienen los resultados presentados en la tabla 3.11 en donde se observa un valor de la carga máxima similar, existiendo diferencias entre cada probeta debido a la naturaleza del material. Se puede observar que el valor del índice de tenacidad a la fractura es directamente proporcional al valor de la carga máxima. En la misma tabla se muestra la media aritmética y la desviación estándar del índice de tenacidad a la fractura.

Tabla 3.11. Índice de tenacidad a la fractura de las 7 probetas de UHMWPE.

Probeta	P_O (N)	K_{IC} (MPa m ^{1/2})
1	3358.3	2.69
2	3684.5	2.95
3	3716.7	2.97
4	3897.9	3.12
5	3857.6	3.09
6	3793.2	3.04
7	3547.6	2.84
Media		2.95
Desviación Estándar		0.150

Una vez obtenido un promedio del valor de K_{IC} se situó en los diagramas de Ashby (figura 3.15) para tener una referencia gráfica comparativa. Este índice indica cuanta energía puede absorber el material antes de la fractura.

Empleando el valor del índice de tenacidad a la fractura, se observa que el valor para el UHMWPE Tivar® 1000 se encuentra en un lugar medio de los polímeros. El valor

obtenido comparado con el de los demás polímeros, se ve un tanto afectado por el valor del esfuerzo de cedencia.

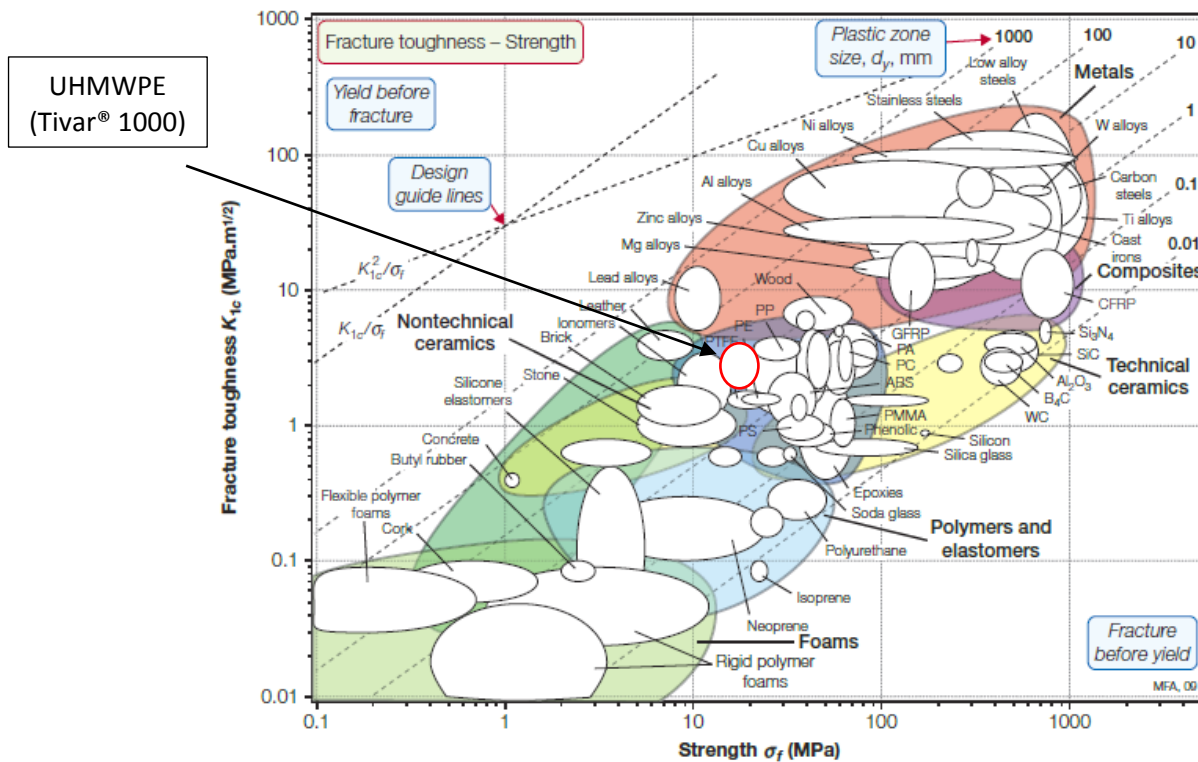


Figura 3.15. Tenacidad a la fractura (K_{1c}) del UHMWPE (Tivar® 1000) situado en un diagrama de Ashby tenacidad a la fractura vs esfuerzo de cedencia (Ashby, 2011).

La superficie de fractura en las probetas presentan regiones fracturadas de forma frágil (figura 3.16) con zonas en colores opacos, mientras que la fractura dúctil se da en las zonas de colores más claros, lo que indica que no todas las probetas presentan el mismo comportamiento de fractura, lo cual se debe a que el espesor de la probeta no garantiza la condición de deformación plana. Esto se demuestra con la ecuación 3.3.

$$B > 2.5 \left(\frac{K_{1c}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (3.3)$$

Donde:

B; es el espesor de la probeta

K_{1c} ; es el índice de tenacidad a la fractura del material

σ_y ; es el esfuerzo de cedencia del material

Por lo tanto, la siguiente desigualdad queda como:

$$25.4 < 75.28$$

El valor de σ_y fue obtenido de la prueba de tracción hecha en esta tesis en la sección 3.2 cuyo valor más alto resulta de las probetas obtenidas de la cara de la placa.

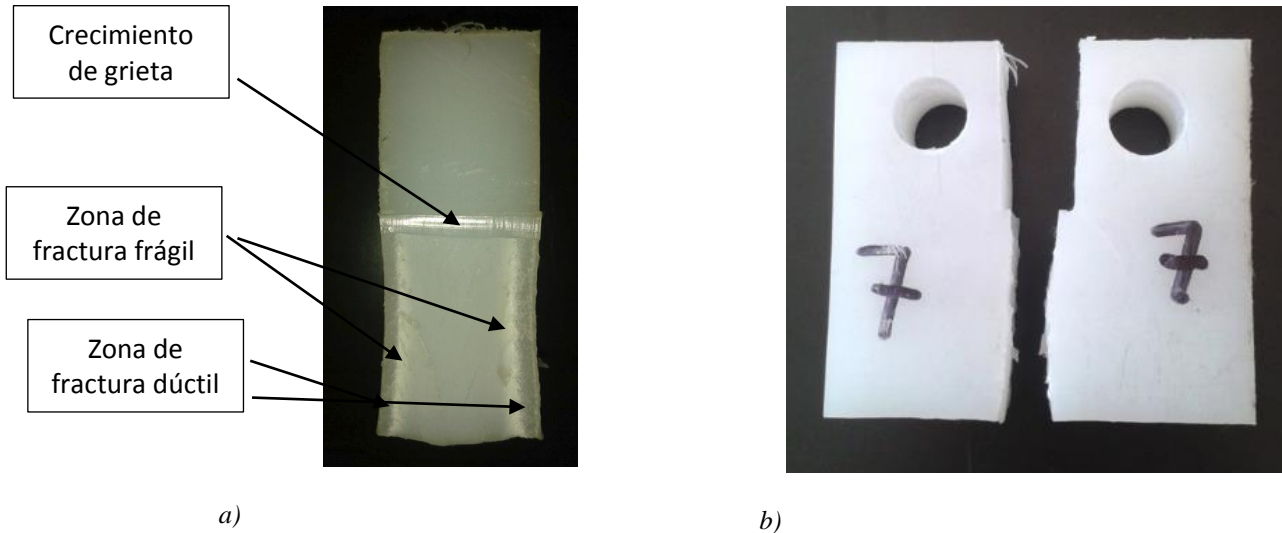


Figura 3.16. a) Superficie de fractura después de la prueba. b) Probeta después de la prueba.

3.7 PRUEBA DE INTEGRAL J

El objetivo de esta prueba es determinar el índice de tenacidad a la fractura (K_{IC}) a partir de que en la prueba de tenacidad a la fractura no se cumplió con condiciones de deformación plana.

Preparación de la probeta

A partir de la placa de UHMWPE Tivar® 1000 de 60 x 60 x 2.54 cm, se cortaron 7 probetas compactas a las dimensiones de la figura 3.13. Se ocuparon las mismas probetas que para la prueba de tenacidad a la fractura que cumplen los requerimientos y condiciones de la norma ASTM D6068.

Procedimiento de la prueba integral J

Para comenzar con la prueba primeramente se tiene que medir cada probeta para ingresar sus dimensiones a la computadora. Posteriormente se colocaron las mordazas de tensión y con los pernos se fijó la probeta en las mordazas como se hizo en la prueba de tenacidad a la fractura (figura 3.14).

Una vez colocada, se hizo la prueba a una velocidad de deformación de 5mm/min ó 0.00136 s^{-1} con base en la recomendación de la norma ASTM D6068. Para calcular el valor de J fue necesario utilizar un factor de corrección, por tal razón a una probeta con la misma

geometría que las probetas de la prueba de integral J pero sin muesca (figura 3.17), se le hizo una prueba de tracción aplicando una carga de 2117.3 N (al menos un 10% mayor de la carga máxima en la prueba de integral J según la ASTM D6068). Una vez que se llegó a ese nivel de carga, la prueba termina.

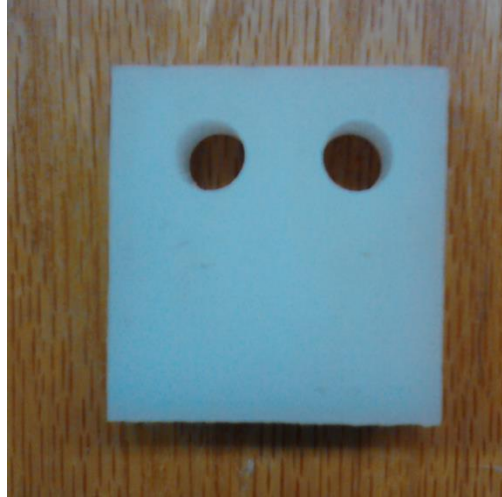


Figura 3.17. Probeta sin muesca para el factor de corrección.

3.8 RESULTADOS INTEGRAL J

A partir de los resultados de la prueba de Integral J, se determinaron los valores J y Δa , los cuales son necesarios para generar la curva J-R. Cada par de valores generan un punto de la curva, para determinar cada uno se utilizó la siguiente ecuación:

$$J = \frac{\eta U}{B(W - a_0)} \quad (3.4)$$

donde:

U; Energía requerida para provocar la extensión de la grieta

$$\eta = 2 + 0.522 \frac{b_0}{W}$$

b_0 ; Distancia de la grieta a la parte posterior de la probeta

B; Espesor de la probeta

W; Distancia del centro de los barrenos a la parte posterior de la probeta (figura 2.3)

a_0 ; Longitud original de la grieta

Ahora, para calcular U, se ocupa la siguiente ecuación:

$$U_T = U + U_i \quad (3.5)$$

Donde:

U_T ; Área bajo la curva carga vs desplazamiento de cada probeta de la prueba integral J

U_i ; Área bajo la curva carga vs desplazamiento de la probeta de factor de corrección

Después de realizada la prueba, se midió el crecimiento de la grieta en 5 puntos equidistantes en la superficie de fractura (figura 3.18).

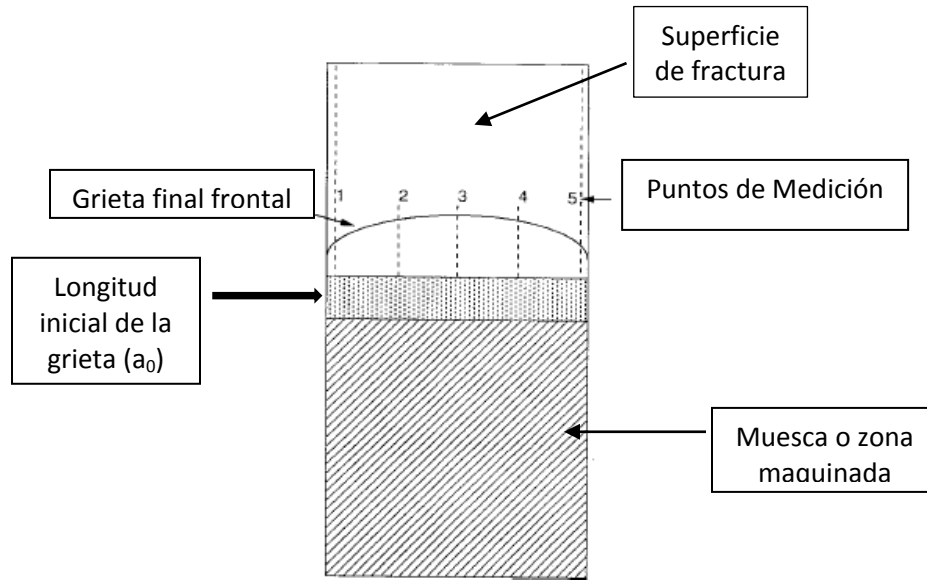


Figura 3.18. Corte transversal de la probeta de la prueba de Integral J mostrando un esquema de la medición del crecimiento de la grieta en la superficie de fractura en la probeta (ASTM D6068).

Para calcular la extensión física de la grieta, se ocupó la siguiente ecuación:

$$\Delta a_p = a_p - a_0 \quad (3.6)$$

Donde:

a_0 ; es la longitud original de la grieta

a_p ; es el crecimiento de la grieta

Con el par de valores $J-\Delta a_p$ (o Δa) obtenidos de cada probeta se generó la curva J-R (figura 3.19) y en la tabla 3.13 se muestran los resultados correspondientes.

En la figura 3.19 se observa la cantidad de energía que necesita cada probeta para generar la extensión de la grieta correspondiente. El comportamiento de la curva J-R obtenida para este polietileno comercial, es análoga comparada con la obtenida por Varadarajan et al., en 2008. Para complementar los resultados se hizo un ajuste al modelo matemático de la ecuación 3.7. Los valores de C_1 y C_2 de esta ecuación no cumplen con las restricciones de la norma, sin embargo, estos fueron los mejores valores que se ajustaron a los resultados obtenidos en la curva J-R. Los resultados del ajuste se muestran en la tabla 3.12.

$$J = C_1 \Delta a_p^{C_2} \quad (\text{ASTM D6068}) \quad (3.7)$$

Tabla 3.12. Resultados del ajuste numérico de la ecuación 3.7.

<i>Coefficientes</i>	<i>Valor</i>
C_1	93.60
C_2	2.53

Como se mencionó anteriormente en la prueba de tenacidad a la fractura, la superficie de fractura en las probetas presentan regiones fracturadas de forma frágil (figura 3.16) con zonas en colores opacos, mientras que la fractura dúctil se da en las zonas de colores más claros, lo que indica que no todas las probetas presentan el mismo comportamiento de fractura. Se comprobó con la ecuación 3.3 que la prueba no cumple con condiciones de deformación plana. Además, analizando el tipo de fractura en las probetas, se observa que se presentan varias regiones de fractura, lo cual reafirma que no se cumplen condiciones de deformación plana.

En la figura 3.16 se muestra la probeta después de la prueba en donde se aprecia el crecimiento de la grieta y la superficie fracturada teniendo características similares a las de la figura 3.18 y en donde se presentan zonas de fractura frágil y fractura dúctil. Este comportamiento se presenta en la mayoría de las probetas, teniendo variaciones en los tonos de color de cada zona.

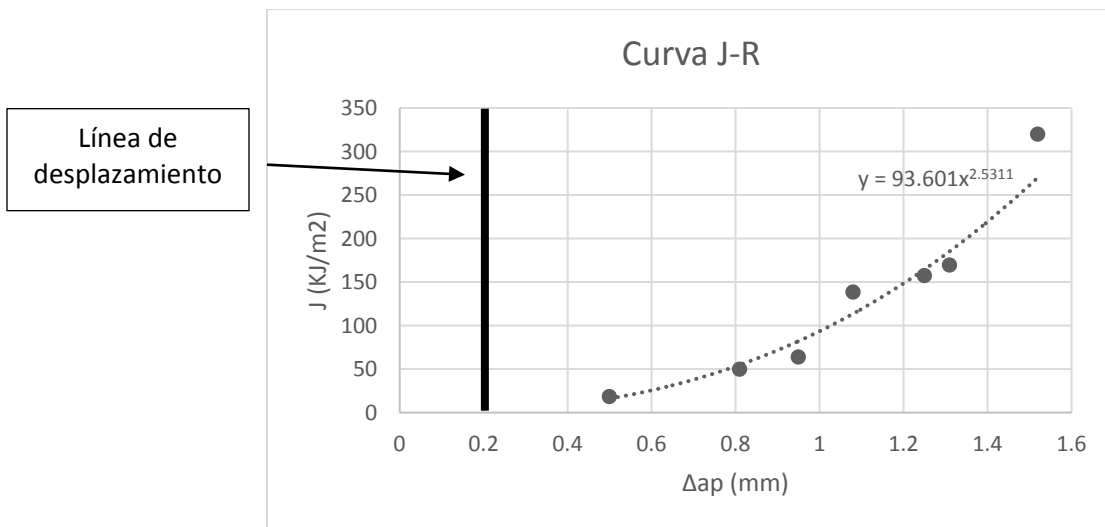


Figura 3.19. Curva J-R del UHMWPE (Tivar® 1000).

En la tabla 3.13 se observa que el crecimiento de la grieta (a_p), se encuentra en un rango de 3.5-4.8 mm (con un valor promedio de 4.08 mm). También se observa que en cuanto más pequeña es la grieta original, el porcentaje de crecimiento aumenta para llegar al crecimiento de grieta estable.

Tabla 3.13. Resultados de la prueba de Integral J.

Probeta	a_p (mm)	a_o (mm)	Δa_p (mm)	% de crecimiento de grieta	J (KJ/m²)
---------	------------	------------	-------------------	----------------------------	-----------

1	4	3.5	0.5	14.28	18.315
2	3.81	3	0.81	27	49.755
3	4.75	3.8	0.95	25	63.715
4	3.58	2.5	1.08	43.2	138.42
5	4.45	3.2	1.25	39	157.385
6	3.51	2.2	1.31	59.54	169.415
7	4.52	3	1.52	50.66	319.87

Es importante mencionar que el valor de a_0 varía para poder evaluar la liberación de energía en función del crecimiento de la grieta. Sin embargo, por el método utilizado para generar la grieta (ASTM D6068), la línea de desplazamiento no interseca en ningún punto a la curva J-R, lo cual no permite conocer ningún valor de J (J_Q) válido para relacionarlo con la ecuación 3.8. Entonces, se puede concluir que el método para generar la grieta debería ser más preciso para así modificar directamente el crecimiento de grieta.

$$K_{ICJ} = \sqrt{J_{IC} E'} \quad (3.8)$$

Donde E' está relacionado con el módulo de elasticidad del material E y el coeficiente de Poisson ν .

$$E' = E \quad \text{tensión plana,} \quad E' = \frac{E}{1 - \nu^2} \quad \text{deformación plana}$$

CAPÍTULO 4. CONCLUSIONES

La forma de corte de las probetas se hizo con una sierra para madera cuyos dientes no dejaba el mejor acabado superficial posible, lo cual pudo haber creado concentración de esfuerzos en la probeta y generar grietas.

Para las pruebas de tracción, se concluye que existe diferencia en las propiedades mecánicas en las direcciones principales de la placa, observando que tanto para el esfuerzo de cedencia como para el esfuerzo máximo se tiene valores más altos, de 15 y 13% para las probetas obtenidas sobre la cara de la placa que para las probetas obtenidas del canto de la placa, además de obtener valores más homogéneos en este tipo de probetas como era de esperarse.

Para las pruebas de relajación de esfuerzos se concluye que conforme aumenta el valor de la carga inicial, los resultados del esfuerzo de relajación (σ_{Relax}) obtenidos serán cada vez menos homogéneos (esto se observa solo para las probetas obtenidas de la cara de la placa) teniendo en la carga inicial más baja una desviación estándar de 0.070 y para la carga inicial más alta una desviación de 0.141. También, se concluye que el porcentaje de reducción de esfuerzos (σ_{Relax}) al final de la prueba, es independiente de la magnitud de la carga inicial obteniendo un porcentaje de reducción de entre el 56 y 61% (esto tanto para las probetas obtenidas de la cara de la placa como para las obtenidas del canto). Para ambos tipos de probetas, las curvas a partir del segundo 8000 aproximadamente se empiezan a acercarse entre sí, aproximadamente desde un valor de 0.45 a 0.39 para las curvas relativas. Posteriormente con la similitud que existía entre las curvas relativas, se obtuvo una curva promedio para que a partir del modelo KWW se obtuvieran las constantes A_1 , β , γ , τ_1 y τ_2 particulares del material. Finalmente, una vez que se obtuvieron las constantes y se graficó el modelo para los dos tipos de probetas, se llegó a la conclusión que las diferencias existentes entre estas son mínimas, y por lo tanto el material presenta un comportamiento isotrópico.

En la prueba de tenacidad a la fractura, se determinó el índice K_{IC} , sin embargo, por la forma de fractura en las probetas, por la generación de varias zonas de fractura, y por no cumplir matemáticamente y físicamente con condiciones de deformación plana, este índice no se consideró válido. A pesar de esto se colocó este valor en los diagramas de Ashby para tener una referencia de este material. La forma de fractura de la probeta se le puede atribuir al método empleado de la generación de la grieta.

Para la prueba de la integral J se obtuvo la curva J-R en donde se aprecia la cantidad de energía liberada por el material debido al crecimiento de grieta. Además se realizó un ajuste matemático a partir de los resultados experimentales, en donde se encontraron los valores de los coeficientes C_1 y C_2 . En el caso del valor de C_2 , este no cumple con las restricciones de la norma ASTM D6068 pero es el que mejor se ajusta a los resultados de la curva J-R. Por otro lado, no se pudo determinar el índice de tenacidad a la fractura (K_{IC}) a partir de esta prueba ya que debido al método de generación de la grieta, no hubo intersección entre la curva y la línea de desplazamiento.

En la prueba de relajación de esfuerzos se determinó que el material no presentaba cambios en las direcciones principales. Por otro lado en la prueba de tracción se observan diferencias entre los resultados de un tipo de probeta a otra. Sin embargo, la forma de corte y maquinado de las probetas son un factor muy importante, razón por la cual pudo provocar la variación de resultados entre un tipo de probeta a otra en la prueba de tracción.

Cabe mencionar que aunque el material fuera totalmente isotrópico pueden existir diferencias en los resultados ya que las pruebas se realizan en condiciones y tiempos diferentes.

La presente metodología servirá para futuras investigaciones, facilitando la realización de las pruebas. Por último, como posibilidad de ampliar el banco de información sobre su comportamiento y propiedades mecánicas además de las pruebas aquí realizadas, se propone realizar las mismas pruebas a otra velocidad de deformación y observar si existe alguna relación entre los resultados de una velocidad a otra, o añadiendo pruebas de fatiga, creep, de resistencia al impacto y, para trabajos más específicos, llevar el material a un proceso de irradiación para así después realizar las pruebas mecánicas correspondientes para observar las diferencias que se obtengan en las propiedades mecánicas.

También para las pruebas de tracción y relajación de esfuerzos, éstas se podrían realizar con probetas maquinadas directamente de una placa cuyo espesor sea el destinado para la prueba, así el acabado superficial será mejor y no se tendrá el riesgo de tener concentración de esfuerzos. Para el caso del maquinado, este se debe realizar con un cortador menor a $\frac{1}{4}$ ", para que así los laterales de la probeta tengan un buen acabado superficial y no se tenga ninguna dificultad al colocar el extensómetro.

BIBLIOGRAFIA

1. Kurtz, S., (2009). UHMWPE Biomaterials Handbook. 2^a Edición. California: Academic Press.
2. Charnley, J., (1961). Arthroplasty of the hip: a new operation. **I**: 1129-32.
3. Shikata, T., Oonishi, H., Hashimoto, Y., et al. (1977). Wear resistance of irradiated UHMW polyethylenes to Al₂O₃ ceramics in total hip prostheses. Trans of the 3rd Annu Meet of the Soc for Biomater. 118.
4. Oonishi, H., (1995). Long term clinical results of THR. Clinical results of THR of an alumina head with a cross-linked UHMWPE cup. Orthop Surg Traumatol. 38: 1255-64.
5. Charnley, J., Kamangar, A., (1969). Longfield MD. The optimum size of prosthetic heads in relation to the wear of plastic sockets in total replacement of the hip. Med Biol Eng. 7:31-9.
6. Charnley, J., (1963). Tissue reaction to the polytetrafluoroethylene. II: 1379.
7. Waugh, W., (1990). The plan fulfilled 1959-1969. In: John Charnley: the man and the hip. London: Springer-Verlag.
8. Birnkraut, HW., (1991). Synthesis of UHMWPE. In: Willert HG, Buchhorn GH, Eyerer P, editors. Ultra-high molecular weight polyethylene as a biomaterial in orthopedic surgery: Hogrefe & Huber Publishers.
9. Gul, R., (1997). Improved UHMWPE for use total joint replacement. Ph. D. Dissertation. Boston: Massachusetts Institute of Technology.
10. Han, KS., Wallace, JF., Truss, RW., Geil PH., (1981). Powder compaction, sintering, and rolling of ultra-high molecular weight polyethylene and its composites. J Macromol Sci-Phys; B19:313-49.
11. Voight-Martin, IG., Fisher, EW., Mandelkern, L., (1980). Morphology of melt-crystallized linear polyethylene fractions and its dependence on molecular weight and crystallization temperature. J Polym Sci (Polym Phys); **18**: 2347-67.
12. Pruitt, L., Bailey, L., (1998). Factors affecting the near-threshold fatigue behavior of surgical grade ultra-high molecular weight polyethylene. Polymer; **39**: 1545-53.
13. Goldman, M., Gronsky, R., Ranganathan, R., Pruitt, L., (1996). The effects of gamma radiation sterilization and ageing on the structure and morphology of medical grade ultra-high molecular weight polyethylene. Polymer; **37**: 2909-13.
14. Eyerer, P., Ellwanger, R., Federolf, H-A., Kurth, M., Madler, H., (1990). Polyethylene. In: Williams D, Cahn R, editors. Concise encyclopaedia of medical and dental materials. Oxford: Pergamon.
15. Stein, H., (1997). Personal Communication.
16. Kurtz, SM., Muratoglu, OK., Evans, M., Edidin, AA., (1999). Advances in the processing, sterilization, and crosslinking of ultra-high molecular weight polyethylene for total joint arthroplasty. Biomaterials; **20**: 1659-88.
17. Resin consolidation issues with UHMWPE. (1995). Report No. Y-BEM-069. Warsaw: Biomet, Inc.

18. Wrona, M., Mayor, MB., Collier, JP., Jensen, RE., (1994). The correlation between fusion defects and damage in tibial polyethylene bearings. *Clin Orthop*; **299**: 92-103.
19. Muratolgu, OK., Jasty, M., Harris, WH., (1997). High resolution synchrotron infrared microscopy of the structure of fusion defects in UHMWPE. *Trans of the 43rd Orthop Res Soc*; **22**: 773.
20. Swarts, D., Gsell, R., King, R., Devanathan, D., Wallace, S., Lin, S., Rohr, W., (1996) Aging of calcium stearate-free polyethylene. *Trans 5th World Biomater Conf*; **2**: 196.
21. Baldini, TH., Rimnac, CM., Wright, TM., (1997). The effect of resin type and sterilization method on the static (J-integral) fracture resistance of UHMWPE. *Orthop Res Soc*; **43**: 780.
22. Lykins, MD., Evans, MA., (1995). A comparison of extruded and molded UHMWPE. *Trans 21st Soc Biomater*; **18**:385.
23. Edidin, AA., Kurtz, SM., (2000). The influence of mechanical behavior on the wear of four clinically relevant polymeric biomaterials in a hip simulator. *J Arthroplasty*; **15**: 321-31.
24. Bellare, A., Schnablegger, H., Cohen, RE., (1995). A small-angle x-ray scattering study of high-density polyethylene and ultra-high molecular weight polyethylene. *Macromolecules*; **17**: 2325-33.
25. Truss, RW., Han, KS., Wallace, JF., Geil, PH., (1980). Cold compaction molding and sintering of ultra-high molecular weight polyethylene. *Poly Engr Sci*; **20**: 747-55.
26. Chen, K-C., Ellis, EJ., Crugnola, A., (1981). Effects of molding cycle on the molecular structure and abrasion resistance of ultra-high molecular weight polyethylene. *ANTEC'81*; **39**: 270-2.
27. Kurtz, SM., Turner, J., Herr, M., Edidin, AA., (2002). Deconvolution of surface topology for quantification of initial wear in highly crosslinked acetabular components for THA.
28. Song, J., Liu, P., Cremens, M., Bomutti, P., (1999). Effects of machining on tribological behavior of ultra-high molecular weight polyethylene (UHMWPE) under dry reciprocating slinding. *Wear*; **225-229**: 716-23.
29. Wang, A., Stark, C., Dubleton, JH., (1995). Role of cyclic plastic deformation in the wear of UHMWPE acetabular cups. *J Biomed Mater Res*; **29**: 619-26.
30. Jahan, MS., Wang, C., (1991). Combined Chemical and mechanical effects on free radicals in UHMWPE joints during implantation. *J Biomed Mater Res*; **25**: 1005-17.
31. Bostrom, MP., Bennett, AP., Rimnac, CM., Wright, TM., (1994). The natural history of ultra-high molecular weight polyethylene. *Clin Orthop*; **309**: 20-8.
32. Collier, JP., Sperling, DK., Currier, JH., Sutula, LC., Saum, KA., Mayor, MB., (1996). Impact of gamma sterilization on clinical performance of polyethylene in the knee. *J Arthroplasty*; **11**: 377-89.

33. Edidin, AA., Jewett, CW., Kwarteng, K., Kalinowski, A., Kurtz, SM., (2000). Degradation of mechanical behavior in UHMWPE after natural and accelerated aging. *Biomaterials*; **21**: 1451-60.
34. McKellop, HA., Shen, F-W., Campbell, P., Ota, T., (1999). Effect of molecular weight, calcium stearate, and sterilization methods on the wear of ultra-high molecular weight polyethylene acetabular cups in a hip simulator. *J Orthrop Res*; **17**: 329-39.
35. Bruck, SD., Mueller, EP., (1988). Radiation sterilization of polymeric implant materials. *J Biomed Mater Res*; **22**: 133-44.
36. Ries, MD., Weaver, K., Beals, N., (1996). Safety and efficacy of ethylene oxide sterilized polyethylene in total knee arthroplasty. *Clin Orthop*; **331**: 159-63.
37. Page, BFJ., Cyr, H., (1998). A guide to AAMI's TIR for EtO-sterilized medical devices. *Med Dev Diag Indust*; **20**: 73-8.
38. White, SE., Paxson, RD., Tanner, MG., Whiteside, LA., (1996). Effects of sterilization on wear in total knee arthroplasty. *Clip Orthop*; **331**:164-71.
39. Goldman, M., Pruitt, L., (1998). Comparison of the effects of gamma radiation and low temperature hydrogen peroxide gas plasma sterilization on molecular structure, fatigue resistance, and wear behavior of UHMWPE. *J Biomed Mater Res*; **40**: 378-84.
40. Feldman, LA., Hui, HK., (1997). Compatibility of medical devices and materials with low-temperature hydrogen peroxide gas plasma. *Med Dev Diag Indust*; **19**: 57-62.
41. Kyi, MS., Hoton, J., Ridgway, GL., (1995). Assessment of the efficacy of a low temperature hydrogen peroxide gas plasma sterilization system. *J Hosp Infect*; **31**: 275-84.
42. FDA, (1995). Data requirements for ultra high molecular weight polyethylene (UHMWPE) used in orthopedic devices.
43. Wagner, HL., Dillon, JG., (1988). Viscosity and molecular weight distribution of ultra-high molecular weight polyethylene. *J Appl Poly Sci*; **36**: 567-82.
44. Fox, TG., Flory, PJ., (1948). Viscosity-molecular weight and viscosity-temperature relationships for polystyrene and polyisobutylene. *J Am Chem Soc*; **70**: 2384-95.
45. Boscoletto, AB., Franco, R., Scapin, M., Tavan, M., (1997). An investigation on rheological and impact behavior of high density and ultra-high molecular weight polyethylene mixtures. *Eur Polym J*; **33**: 97-105.
46. Ranade, RA., Wunder, SL., Baran, GR., (2006). Toughening of dimethacrylate resins by addition of ultra-high molecular weight polyethylene particles. *Polymer*; **47**: 4318-27.
47. Lewis, G. (2001). Properties of crosslinked ultra-high-molecular-weight polyethylene. *Biomaterials*; **22**: 371-401.
48. Lewis, G., Nyman, JS., (1999). A new method of determining the J-integral fracture toughness or every tough polymers: application to ultra-high molecular weight polyethylene. *J Long-Term Eff Med Implants*; **9**: 289-301.

49. Bellare, A., Cohen, RE., (1996). Morphology of rod stock and compression-moulded sheets of ultra-high molecular weight polyethylene used in orthopedic implants. *Biomaterials*; **17**: 2325-33.
50. Pruitt, L., Bailey, L., (1998). Factors affecting the near-threshold fatigue behavior of surgical grade ultra-high molecular weight polyethylene. *Polymer*; **39**: 1545-53.
51. Khan, F., Yeakle, C., Gomaa, S., (2011). Characterization of the mechanical properties of a new grade of ultra-high molecular weight polyethylene and modeling with the viscoplasticity based on overstress. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 174-180.
52. Varadarajan, R., Dapp, E., Rimnac, C., (2008). Static Fracture of ultra-high molecular weight polyethylene using the single specimen normalization method, 260-268.
53. Bower, D., (2002). *An Introduction to Polymer Physics*. Cambridge.
54. Kurtz, S., Villarraga, M., Herr, M., Bergstrom, J., Rimnac, C., Edidin, A., (2002). Thermomechanical behavior of virgin and highly crosslinked ultra-high molecular weight polyethylene used in total joint replacements, Elsevier, 3681-3697.
55. Ashby, Michael F. (2011). *Materials Selection in Mechanical Design*, 4^a Edition, Butterworth-Heinemann.
56. Ángeles, J. (2014). *Caracterización Mecánica del Comportamiento Viscoelástico de muestras de hueso Trabecular bovino*.
57. Iyo, T., Maki, Y., Sasaki, N., Nakata, M., (2003). *Mathematical Description of Stress Relaxation of Bovine Femoral Cortical Bone*, Biorheology.
58. Arana, J. González, J. (2002). *Mecánica de Fractura*. Argitaipen Zerbitzua.
59. Norma ASTM D6068, Standard Test Method for Determining J-R Curves of Plastics Materials, 1996.
60. Norma ASTM D638, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, 2003.
61. Norma ASTM E328, Standard Test Method for Stress Relaxation for Materials and Structures, 1996.
62. Norma ASTM E1820, Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, 2001.