



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

---

**FACULTAD DE INGENIERÍA**

**Metodología para la  
caracterización de fricción,  
rugosidad y dureza del UHMWPE**

**TESIS**

Que para obtener el título de  
**Ingeniera Mecánica**

**P R E S E N T A**

Daniela Sánchez Castellanos

**DIRECTOR DE TESIS**

M. en I. Edgar Isaac Ramírez Díaz



**Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2018**

## Agradecimientos

A mis padres, por demostrarme su amor cada instante y ser un ejemplo de compromiso para todos los que nos hallamos a su alrededor.

A Edgar Isaac por creer que los objetivos planteados se concluirían con éxito, a quien admiro por el respeto que demanda en sus palabras y el carácter con el cual es capaz transmitir conocimiento.

A Carlos Alcántara, por tener suficiente paciencia y enseñarme que, con las herramientas adecuadas, gran parte de la curiosidad es comprobable; por ayudarme a resolver eventos desafortunados que al parecer solo a mí me podrían suceder, hasta el último instante.

A mis ángeles, quienes me demostraron que es posible sonreír y tener la seguridad para trascender en el paraíso que pocos reconocen.

A mis guías, quienes han sabido compartir aquello que comprenden de tal forma que quienes lo recibimos lo transformamos en pasión.

A mis amigos, que, sin la calidad de sus carcajadas, momentos de reflexión y actos de cariño, no sería tan feliz seguir inventando excusas para adquirir nuevos retos.

A mi familia postiza y no postiza, por abrir un espacio en su hogar lleno de diversión, por escucharme sin duda alguna para entonces mostrarme el significado de la unión y la perseverancia.

A Juan Carlos Cedeño el mejor compañero de trabajo que he tenido, quien me demostró que para ser impecable hay que estar preparado y abierto a las ideas de todos con una gran actitud.

A Alí Villegas, por ser tan necio para motivarme a concluir, por alentarme a diario para comenzar algo más grande, paso por paso, con objetivos firmes y admiración.

Gracias UNAM

## Prólogo

La tecnología se desarrolla con el compromiso de adaptarla al medio de cuantas formas sea imaginable, funge como un puente entre lo que somos capaces de hacer y lo que no podemos manipular directamente, un ejemplo de ello es el desarrollo de los materiales.

Los recursos que ingeniosamente combinamos y conformamos, han dado la oportunidad de proyectar ideas hacia algo tangible como las herramientas mecánicas, pero también hacia recursos no tangibles como la radiación electromagnética.

La complejidad en esto es que mientras más se conoce, más lejos en el estudio se debe llegar, lo que consecuentemente trae consigo un análisis a diferentes escalas, ello se ha vuelto un área de oportunidad para dar valor agregado a los objetos, como el hecho de prolongar la vida útil de una máquina o ampliar su rendimiento.

El desarrollo de esta tesis comprende la caracterización superficial del polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE). El interés por el estudio de este material se relaciona con el aumento en su frecuencia de uso, a partir de la difusión de sus propiedades durante la década de 1950.

Actualmente cerca del 90% del UHMWPE producido en el mundo se emplea para aplicaciones industriales y su empleo cubre desde el revestimiento de superficies hasta prótesis para el cuerpo humano, aplicación que en el área biomédica ha causado gran interés por más de 40 años.

El UHMWPE posee propiedades físicas y mecánicas que como polímero lo distinguen, entre ellas se encuentran, su elevada resistencia al impacto, elevada resistencia a la abrasión, estabilidad química y una superficie con bajo coeficiente de fricción.

El objetivo de la elaboración del presente trabajo fue desarrollar una metodología que permitiera determinar experimentalmente el valor de algunas propiedades mecánicas, esto a partir de la realización de ensayos en laboratorio.

Del UHMWPE Tivar@1000, un tipo de polietileno de ultra alto peso molecular de uso comercial, sin alteración en su estructura por ataques químicos o aditivos, se caracterizó el coeficiente de fricción, la rugosidad y la dureza.

La superficie se ensayó con dos instrumentos, un microscopio de fuerza atómica, marca Bruker® modelo Innova, empleado en modo contacto para determinar el coeficiente de fricción, el cual funciona como un perfilómetro que censa el perfil de la superficie y un sistema llamado *Micro Module*, marca Nanovea® modelo ST400S, para determinar rugosidad y dureza, éste último equipo emplea una técnica llamada cromática confocal que permite la generación de mapas superficiales precisos y tiene la opción de llevar a cabo indentaciones.

En el primer capítulo se encuentran los temas necesarios para la comprensión de la metodología, se abordan conceptos relacionados con tribología a partir de los cuales se definen las propiedades a caracterizar, haciendo mención del impacto que genera conocer dicha información. También, se explican las características del material con el que se trabajó y se detalla el interés por su estudio, ligado a una descripción del proceso de producción de implantes ortopédicos.

En el segundo capítulo se describe el principio de funcionamiento de los instrumentos de medición empleados, el modo en que se ocuparon, ciertos aspectos que es necesario considerar en el uso de estas herramientas, así como datos de la geometría y del comportamiento mecánico de los materiales con los cuales fueron fabricadas.

En el tercer capítulo se detalla el proceso de preparación de la probeta, el camino para conseguir un acabado adecuado para visualizar detalles superficiales al llevar a cabo ensayos a escala nanométrica; también, se muestran los modelos matemáticos considerados y la memoria de cálculo que permitió manipular datos de origen teórico y experimental.

En el cuarto capítulo se muestran los resultados obtenidos en cada caso, además de aquellos resultados generados mediante la transducción de señales durante los ensayos, siendo esto posible con el uso de *software*. Con lo anterior, se plasmó un análisis de resultados parciales y finales.

En el quinto capítulo se concluyó acerca del aprendizaje alcanzado hasta la entrega de este escrito.

En la parte final, se encuentra un anexo con el código base construido en Wolfram Mathematica® para la determinación del coeficiente de fricción.

# Índice

|                                                                        |                                                                     |    |
|------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|----|
| 1.1                                                                    | Tribología.....                                                     | 1  |
| 1.1.1                                                                  | Fricción .....                                                      | 1  |
| 1.1.2                                                                  | Desgaste .....                                                      | 5  |
| 1.1.3                                                                  | Lubricación .....                                                   | 7  |
| 1.2                                                                    | Rugosidad .....                                                     | 7  |
| 1.3                                                                    | Dureza .....                                                        | 12 |
| 1.4                                                                    | Polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE).....              | 15 |
| 1.4.1                                                                  | Proceso de producción de implantes ortopédicos.....                 | 18 |
| 1.4.2                                                                  | UHMWPE Tivar® 1000 .....                                            | 21 |
| Capítulo 2 Equipos empleados para la caracterización superficial ..... |                                                                     | 22 |
| 2.1                                                                    | Métodos de medición superficial.....                                | 22 |
| 2.2                                                                    | Perfilometría .....                                                 | 24 |
| 2.3                                                                    | Microscopio de fuerza atómica (AFM).....                            | 25 |
| 2.3.1                                                                  | Modelos de caracterización de cantiléver empleados en el AFM.....   | 28 |
| 2.3.2                                                                  | Espectroscopia de fuerza.....                                       | 32 |
| 2.4                                                                    | Módulo Micro.....                                                   | 34 |
| Capítulo 3 Desarrollo experimental.....                                |                                                                     | 38 |
| 3.1                                                                    | Metodología para la preparación de la probeta .....                 | 38 |
| 3.2                                                                    | Metodología para la determinación del coeficiente de fricción ..... | 41 |
| 3.2.1                                                                  | Cálculo del coeficiente de fricción.....                            | 47 |
| 3.3                                                                    | Metodología para la determinación de rugosidad.....                 | 51 |
| 3.4                                                                    | Metodología para la determinación de dureza.....                    | 53 |
| Capítulo 4 Análisis de resultados.....                                 |                                                                     | 56 |
| 4.1                                                                    | Determinación del coeficiente de fricción .....                     | 56 |
| 4.2                                                                    | Determinación de los parámetros de rugosidad.....                   | 65 |
| 4.3                                                                    | Determinación de dureza.....                                        | 68 |
| Capítulo 5 Conclusiones.....                                           |                                                                     | 70 |

# Capítulo 1 Antecedentes

## 1.1 Tribología

La tribología es la ciencia que estudia el comportamiento de superficies que interactúan en movimiento relativo, en otras palabras, estudia las modificaciones que presenta la superficie de dos cuerpos que se hallan en contacto frecuente. Lo anterior está presente en todo momento al estudiar un sistema mecánico, donde los elementos involucrados transmiten energía para satisfacer el funcionamiento de este. Ello implica como consecuencia, el estudio de diversos fenómenos que son considerados desde el diseño; en este caso, el enfoque estará dirigido a tres de ellos llamados fricción, desgaste y lubricación.

### 1.1.1 Fricción

Los fenómenos mencionados se vinculan de tal forma que existe uno como consecuencia del siguiente, los tres son dependientes del tiempo y existe una distinción importante entre los primeros dos con el último. El desgaste es una consecuencia de la fricción en la mayoría de los casos y comúnmente es una desventaja para los componentes que conforman un sistema, en cambio, la lubricación surge como consecuencia de los anteriores y existe como un apoyo para minimizar los efectos negativos de los dos primeros, capaces de provocar un comportamiento o respuesta no deseada del sistema.

Para que lo descrito pueda ser comprendido con mayor detalle, en los siguientes párrafos se definirán estos fenómenos y se explicará cómo afecta o beneficia su presencia cuando dos cuerpos se encuentran en tales condiciones.

La palabra tribología significa "estudio del frotamiento", término cuya interpretación define la presencia de fricción en el movimiento relativo de superficies. El frotamiento de los cuerpos se traduce como la acción que ejerce un cuerpo cuando se desplaza sobre otro.

Fricción, es la resistencia u oposición tangencial al movimiento entre dos cuerpos que se encuentran en contacto. En la bibliografía se hallan diferentes clasificaciones de los tipos de fricción existentes, una de las más completas es la siguiente (Williams, 2005):

- i. Fricción en seco
- ii. Fricción fluida
- iii. Fricción lubricada
- iv. Fricción superficial
- v. Fricción interna

El cálculo de la fuerza de fricción depende de la inercia con la que un cuerpo entra en contacto con otro, es decir, de la capacidad de éste para mantener su estado de equilibrio al aplicar sobre él una fuerza. La dirección de la fuerza de fricción es paralela a la componente tangencial del vector de la fuerza externa aplicada  $\bar{F}_{ext_t}$ , por lo tanto, cuando se presenta movimiento relativo entre ellos (la resultante de las fuerzas aplicadas es diferente de cero), la fuerza de fricción resultante  $\bar{F}_{FR}$  se relaciona con el vector de velocidad tangencial relativa  $\bar{v}_{12}$  entre los cuerpos (Gohar & Rahnejat, 2008).

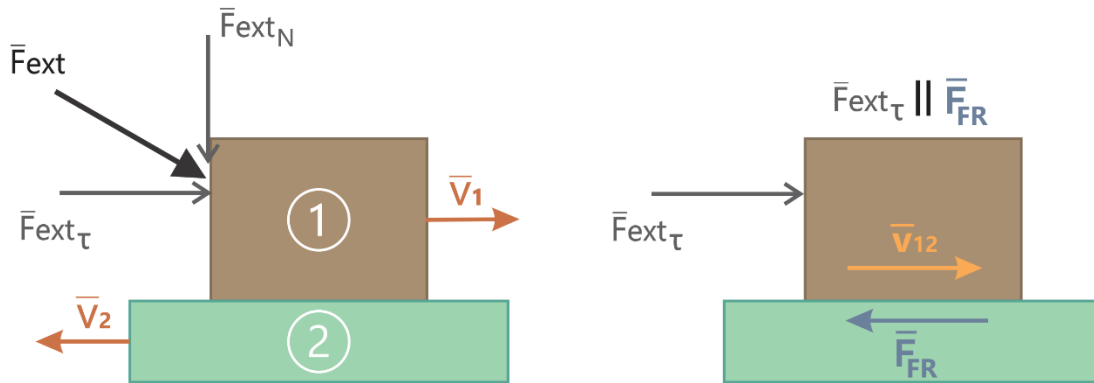


Figura 1.1 Fuerza de fricción resultante entre dos cuerpos que interactúan con movimiento relativo.

El tipo de fuerza de fricción que se estudia en el contexto del presente trabajo es la “fricción en seco”, la primera en la lista anterior, la cual se refiere a la inexistencia de un medio como lubricante o como parte del par de contacto, es decir, se considera el contacto directo entre dos sólidos.

En 1699 Amontons descubrió empíricamente, dos importantes leyes de fricción (Gohar & Rahnejat, 2008), a continuación descritas:

La primera menciona que la fuerza de fricción es independiente del área nominal (aparente) de contacto entre dos cuerpos sólidos, como en el caso de un bloque rectangular sobre un plano inclinado. La segunda, señala que la fuerza de fricción es directamente proporcional a la componente normal de la carga, por lo que, si la carga se duplica, la fuerza de fricción también lo hace. Amontons expresó matemáticamente esta ley como:

$$F = \mu W \quad \dots 1.1$$

Donde  $F$  representa la fuerza de fricción,  $W$  representa la componente normal de la carga y  $\mu$ , una constante de proporcionalidad llamada coeficiente de fricción.

La fricción involucra dos efectos, la resistencia que ejerce un material sobre otro para mantener un movimiento relativo y aquella que ejerce para iniciar el movimiento, el primer efecto es conocido como fricción cinética, el segundo como fricción estática.

### **Fricción estática**

Con el fin de poner en movimiento un cuerpo, una fuerza crítica conocida como fricción estática  $F_s$ , debe ser superada. Esta fuerza es proporcional a la fuerza normal máxima  $F_N$ , presente como la reacción ejercida sobre la superficie debido a la atracción hacia el centro de la tierra. Lo cual es posible expresar como sigue:

$$F_s = \mu_s F_N \quad \dots 1.2$$

El coeficiente  $\mu_s$  es llamado coeficiente de fricción estática. Éste, muestra dependencia de los materiales en interacción, pero es independiente del área de contacto aparente.

### **Fricción cinética**

Este tipo de fricción se refiere a la fuerza que actúa sobre un cuerpo cuando la fricción estática máxima se ha vencido, fuerza de fricción cinética  $F_R$ .

En el siglo XVIII Coulomb comprobó que la expresión de Amontons debía considerarse para cuerpos deslizantes en movimiento relativo; determinó experimentalmente las siguientes leyes referentes a la fricción cinética:

- i. La fricción cinética es proporcional a la fuerza normal  $F_N$  (figura 1.2), es decir:

$$F_R = \mu_k F_N \quad \dots 1.3$$

$\mu_k$  representa el coeficiente de fricción cinética.

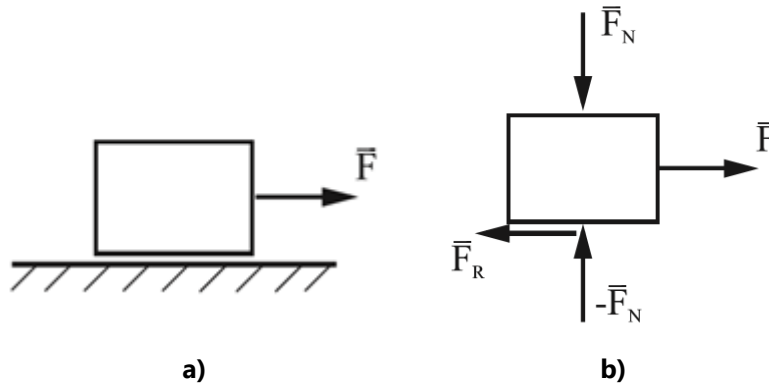
- ii. El coeficiente de fricción cinética es aproximadamente igual al coeficiente de fricción estática.

$$\mu_k \approx \mu_s$$

En arreglos experimentales donde es posible medir el valor de la fuerza de fricción, cuando existe contacto relativo entre las superficies a velocidad constante, es posible demostrar que el coeficiente de fricción cinética es generalmente menor en comparación con el coeficiente de fricción estática.

En 1785, Coulomb propuso una tercera ley para la fricción:

- iii. La fricción cinética es independiente, o ligeramente dependiente de la velocidad de deslizamiento del cuerpo. Esta ley aplica para velocidades en un rango moderado.



*Figura 1.2* a) Esquema de un bloque jalado por una fuerza paralela a la superficie de apoyo. b) Diagrama de cuerpo libre correspondiente al bloque, donde se observan las fuerzas de reacción normal en ambos sentidos, la fuerza de fricción y la fuerza aplicada. Tomado de Popolov, 2010.

Y como consecuencia, se obtuvo una cuarta ley:

- iv. Se debe sostener que, si se tienen dos cuerpos en contacto con movimiento relativo entre sí, el vector de fuerza de fricción total tiene la misma dirección que el vector de la velocidad relativa, como se plasmó en la figura 1.1.

### **Fricción a menores escalas**

Cuando se aplica una carga tangencial a un cuerpo existe un deslizamiento, aún si éste no es evidente a una escala macroscópica, en ocasiones la transición del estado estático al movimiento ocurre casi de manera continua, esto significa que la fricción estática puede considerarse como fricción cinética a muy bajas velocidades (Popolov, 2010).

Bhushan & Kulkarni en 1996, demostraron que el coeficiente de fricción a escalas del orden de los nanómetros, bajo cargas pequeñas, es menor que el coeficiente de fricción macroscópico, tendencia que puede explicarse por las diferencias entre las propiedades mecánicas a diferentes escalas en áreas de contacto aparentes; lo cual no fue considerado por Amontons en sus leyes de fricción, por lo que el comportamiento de los fenómenos es diferente. En sus estudios hallaron que el coeficiente de fricción a escalas macroscópicas en contacto con cargas pequeñas es mayor y que los componentes nanométricos experimentan fricción tan baja, que el desgaste sobre ellos es prácticamente nulo.

### 1.1.2 Desgaste

Este segundo fenómeno por tratar está presente a diario en cualquier cuerpo que se encuentra en interacción con otro, ya que por naturaleza o por necesidad, las superficies ganan y pierden material. Para los seres humanos, la manera más fácil de percibir el desgaste es a través de materiales que lo apoyan para cubrir necesidades tan simples como su vestimenta, ejemplo de ello y uno de los más utilizados está presente en el calzado, que al cabo de unos pasos presenta alteraciones visibles en las suelas; también está el caso de los medios de transporte que lo apoyan para su traslado, desde la herradura que coloca a un caballo para evitar dañarlo hasta los neumáticos que diseña para practicar deportes motorizados.

El desgaste se define como el deterioro progresivo que presenta una superficie, el cual ocurre como consecuencia de la diferencia entre las propiedades que tiene cada uno de los materiales en interacción, la estructura de las superficies en contacto y además, los esfuerzos presentes tanto entre ellos como dentro de ellos. El estado en que se haya la materia modifica las propiedades mecánicas de la misma y esto promueve o no, cierto tipo de desgaste entre los cuerpos.

Los tipos de desgaste que se presentan en los materiales dependen de los pares de contacto, el tipo de movimiento que realizan los cuerpos que los conforman y el periodo de tiempo en que se hallan en interacción. La respuesta de un sistema considera tanto las propiedades geométricas (asperezas que forman parte de la topografía), como químicas (atracción entre los materiales) de la superficie.

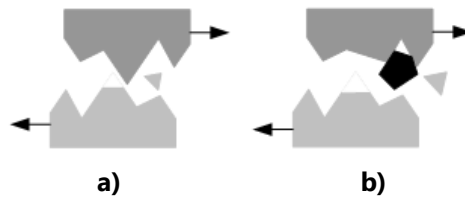
El desgaste es un tema que se respalda en gran medida de resultados experimentales debido a la complejidad de su estudio, consecuentemente existen diferentes tipos o categorías que acotan su análisis (Gohar & Rahnejat, 2008). Los tres principales mecanismos de desgaste en polímeros, que están directamente relacionadas con la fricción son: desgaste adhesivo, desgaste abrasivo y desgaste por fatiga (Kanaga, et al., 2008).

#### **Desgaste abrasivo**

El desgaste abrasivo ocurre cuando las partículas de un material con alta dureza provocan la remoción o el desprendimiento de un material con menor dureza, ello ocurre cuando el material duro daña las asperezas en la superficie del material blando.

Si la interacción se lleva a cabo por cuerpos que se componen del mismo material, entonces el desgaste es aleatorio y depende del acabado superficial de las piezas de trabajo.

El desgaste abrasivo es clasificado como desgaste entre dos o tres cuerpos como se observa en la figura 1.3, en el caso de dos cuerpos, uno de los materiales actúa como el abrasivo, en el caso de tres cuerpos, el cuerpo considerado como abrasivo se halla en medio de los otros dos, como partículas externas o incluso partículas que se forman entre ellos a lo largo del proceso de desgaste, éstas surgen debido a los esfuerzos producidos por la interacción y las transformaciones de fase ocurridas con el paso del tiempo.

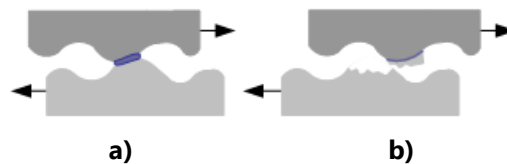


*Figura 1.3* Desgaste abrasivo. a) Interacción entre dos cuerpos e b) interacción entre tres cuerpos. Modificado de Kopeliovich, 2017.

### **Desgaste adhesivo**

El desgaste adhesivo ocurre durante el deslizamiento constante de dos superficies, donde capas delgadas de un material se desprenden y se adhieren a otro, debido a que las fuerzas de enlace entre moléculas de la interfaz son mayores que aquellas que unen estas regiones con sus alrededores, en el cuerpo al que antes pertenecían. Ya que algún fragmento desprendido de una superficie alcanza la otra, ese fragmento puede permanecer ahí por la fuerza que existe entre los nuevos enlaces (figura 1.4).

Posteriormente, puede ser que dicho fragmento se desprenda nuevamente durante el avance del proceso formando residuos, sucede si se llega a tener gran variación de esfuerzos en las capas adheridas.

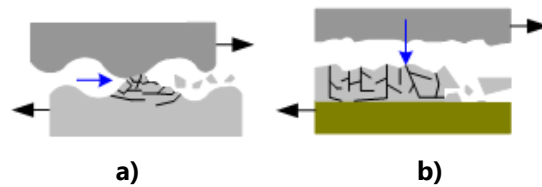


*Figura 1.4* Desgaste adhesivo. a) Etapa de adhesión y b) desprendimiento. Modificado de Kopeliovich, 2017.

## Desgaste por fatiga

Para que este tipo de desgaste se presente, debe transcurrir cierto número de ciclos de interacción generando daños evidentes en los materiales a través de fracturas superficiales e internas, que provocan el desprendimiento de fragmentos o la ruptura de piezas, como se observa en la figura 1.5 donde se ilustra el efecto de las cargas en dos direcciones.

La cantidad de ciclos en que se presenta el desgaste por fatiga, depende también de los defectos de conformado de los materiales, que propicien la generación de grietas y consecuentemente de la fractura.



*Figura 1.5* Desgaste por fatiga. a) Aplicación de una carga cíclica tangencial y b) una carga cíclica normal. Modificado de Kopeliovich, 2017.

### 1.1.3 Lubricación

La lubricación se refiere a la introducción de un material (lubricante) en la interfaz de un par de contacto con la finalidad de reducir los efectos o consecuencias de la fricción entre ellos, el lubricante puede ser un sólido o un fluido.

El lubricante, forma una película entre los materiales, que actúa reduciendo esfuerzos y facilitando el deslizamiento de una superficie sobre otra disminuyendo la fricción.

## 1.2 Rugosidad

La rugosidad de una superficie es definida por la desviación de picos y valles que conforman la topografía tridimensional de la misma, señala irregularidades finas que interesan en el diseño y la evaluación de pares de contacto sin lubricación o con películas delgadas de algún fluido.

El estudio detallado de una superficie demuestra que su irregularidad sigue un patrón complejo de ondulaciones, por encima de las cuales se halla otro patrón similar a menor escala, este concepto es conocido como auto-afinidad (figura 1.6).

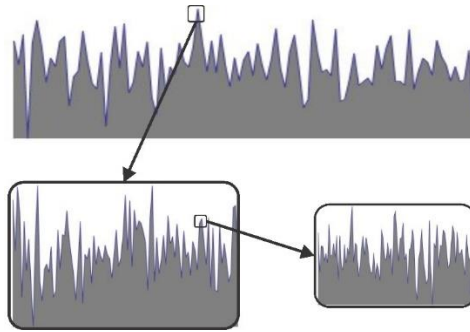


Figura 1.6 Esquema de la auto-afinidad presente en superficies rugosas. Tomado de Figueroa, 2016.

El modo de medir tales irregularidades ha sido caso de estudio para la estadística, lo cual ha permitido cuantificarlas mediante parámetros de rugosidad que, como otras propiedades, son el producto de los procesos a los que ha sido sometida la superficie de un material. Existen parámetros como amplitud, espaciamiento y forma que en conjunto describen los perfiles de rugosidad.

A continuación, se definen algunos parámetros de rugosidad estándar:

- i. Rugosidad promedio ( $R_a$ ): Es la desviación promedio (valor absoluto) de la medición de picos y valles a partir de la elevación media aritmética del perfil de rugosidad.
- ii. Rugosidad media cuadrática (rms o  $R_q$ ): Es la raíz cuadrada, de la suma de los cuadrados de las desviaciones individuales, a partir de la línea media dentro de la longitud de la muestra, es decir, es la desviación estándar  $\sigma$  de la media aritmética, de la desviación vertical desde la línea media.

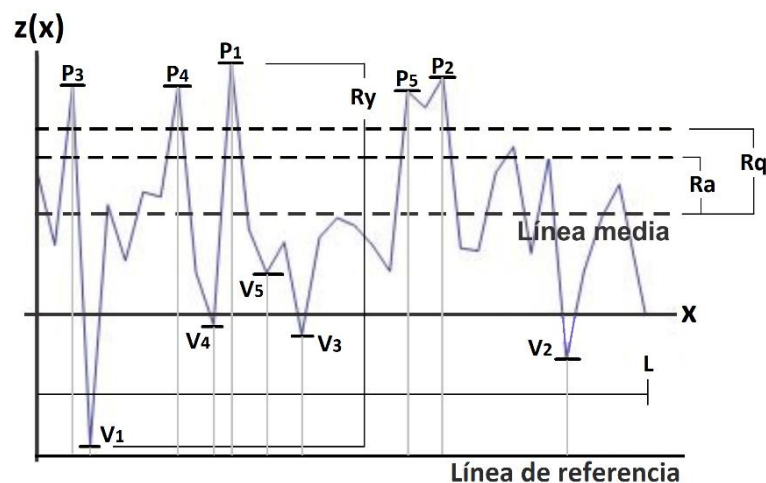


Figura 1.7 Identificación de puntos de referencia para la caracterización de un perfil de rugosidad. Modificado de Figueroa, 2016.

Considerando que  $L$  es la longitud total del perfil medido,  $z(x)$  el perfil de rugosidad a través de una línea de referencia  $x$  y  $m$  es la línea media que divide por la mitad el rango definido por el perfil; entonces

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |z(x) - m| dx \quad \dots 1.4$$

Donde,

$$m = \frac{1}{L} \int_0^L z(x) dx$$

Rq o rms:

$$Rq^2 = \text{rms}^2 = \frac{1}{L} \int_0^L (z(x))^2 dx \quad \dots 1.5$$

Para el caso especial donde  $m$  es cero, entonces:

$$Rq = \sigma$$

- iii. Altura de pico a valle ( $R_z$ ): Se mide tomando en cuenta diez puntos del perfil (SEGOB, 1987). Es el valor medio aritmético entre los cinco picos más altos ( $P_n$ ) y los cinco valles más profundos ( $V_n$ ) dentro de una sección en estudio, medida desde una línea de referencia paralela a la línea media, pero que no cruza el perfil de rugosidad (ejemplificado en la figura 1.7).

$$R_z = \frac{(P_1 + P_2 + \dots P_5) - (V_1 + V_2 + \dots V_5)}{5} \quad \dots 1.6$$

- iv. Altura máxima de pico a valle ( $R_{\text{max}}$  o  $R_y$ ): Como su nombre lo indica, es la máxima altura de pico a valle dentro de la región o sección en estudio.

Para extender el análisis anterior, de una trayectoria lineal al análisis de una superficie completa, se considera que ésta se compone de trayectorias paralelas o perfiles con longitud " $li$ " (figura 1.8a) que se unen como se observa en la figura 1.8b, para formar una sola trayectoria o perfil de rugosidad con longitud  $L$ .

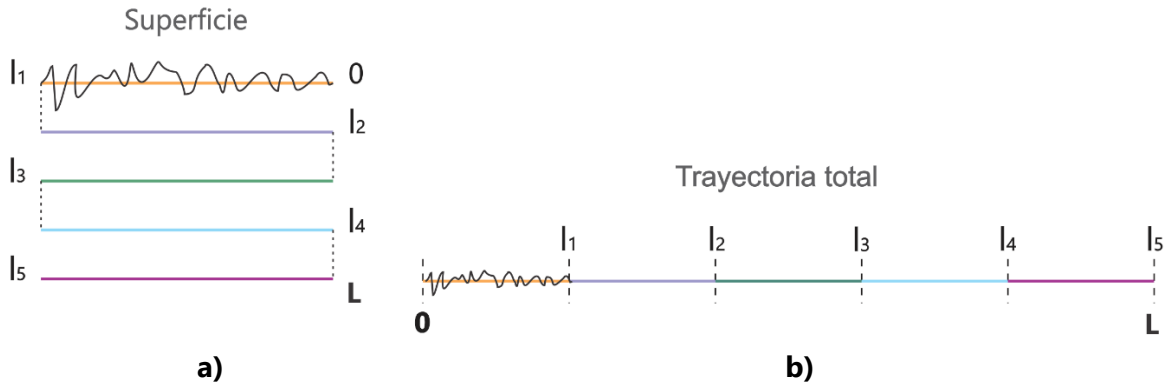


Figura 1.8 a) Trayectorias paralelas (perfiles) que conforman la superficie. b) Trayectoria total (perfil) que representa la unión de las trayectorias paralelas a lo largo de la superficie.

Los parámetros previamente definidos, no proveen datos del tamaño ni de la irregularidad de las asperezas presentes en una superficie, únicamente muestran datos en dirección vertical, para ello en 1933 Abbott y Firestone propusieron una representación estadística para determinar el área real de contacto a través de la curva Abbott-Firestone cuya lógica persigue la idea de la trayectoria total explicada en el párrafo anterior (Abbott & Firestone, 1933).

El análisis del perfil de rugosidad de una sección determinada permite obtener funciones estadísticas que resultan prácticas para reducir el número de parámetros analizados, como:

- i. Función de densidad de amplitud o de probabilidad (ADF): Representa la fracción de superficie que se encuentra comprendida entre el pico más alto y el valle más profundo de cierta sección analizada; la probabilidad de que se presente el evento  $z(x) \leq h$ , ésta última es la distancia desde el plano medio a la *rms* (Figuerola, 2016), es decir

$$P(Z) = Prob(z \leq h)$$

La rugosidad media cuadrática *rms* es la desviación estándar de la ADF.

- ii. Curva del área de apoyo o función de distribución acumulada (BAC): Medida en porcentaje, es una función relacionada con la ADF que representa un plano de espesor infinitesimal que recorre perpendicularmente, desde el pico más alto hasta el valle más bajo (o viceversa) del perfil de rugosidad. Cuando comienza su recorrido y el plano toca el pico máximo la relación de apoyo o carga es 0% y cuando llega al valle mínimo la relación representa el 100% de la fracción de superficie analizada (Khonsari & Booser, 2001).

De manera analítica la curva Abbott-Firestone puede obtenerse calculando la integral de la ADF, es decir, la BAC.

Con  $P(-\infty) = 0$  y  $P(\infty) = 1$ , la ADF puede expresarse como:

$$p(z) = \frac{dP(z)}{dz}$$

Ya que el área bajo la curva de la ADF es unitaria, se asegura que cualquier valor de  $z(x)$  se encuentra dentro de los límites  $z_{min}$  y  $z_{max}$ . En la figura 1.9 se ilustra esquemáticamente el método para obtener la curva Abbott-Firestone para una superficie gaussiana que obedece la siguiente distribución de alturas:

$$p(z) = \frac{1}{(2\pi)^{\frac{1}{2}} \sigma} \exp\left(-\frac{(z - m)^2}{2\sigma^2}\right)$$

Donde  $\sigma$  es la desviación estándar y  $m$  es la media aritmética (Figuroa, 2016).

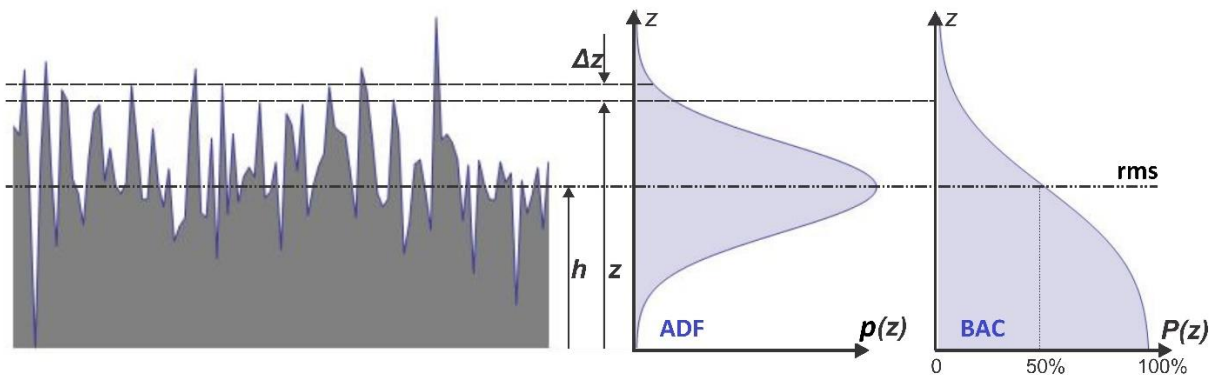


Figura 1.9 Ilustración esquemática de una superficie rugosa;  $z$  es la distancia perpendicular al plano de referencia,  $\Delta z$  es la diferencia entre dos valores de altura cualesquiera,  $h$  es la distancia del plano de referencia al plano medio,  $p(z)$  es la ADF y  $P(z)$  la BAC. Modificado de Figuroa, 2016.

### 1.3 Dureza

La dureza es un término que relaciona propiedades de un material al medir la capacidad que tiene para ser penetrado o rayado, es decir, la resistencia que presenta al ser deformado elástica y plásticamente. Para cuantificarlo, se emplea una herramienta llamada indentador, éste elemento presiona perpendicularmente la superficie, al aplicar sobre él una carga, de tal forma que el material en prueba se deforma y el indentador deja una huella proyectada sobre la superficie al ser retirado, quedando como remanente el resultado de la deformación plástica que ha tenido.

Los indentadores están perfectamente caracterizados, sus materiales de fabricación y su forma, dependen del tipo de materiales que penetran y la carga que soportan. Entonces, el valor de la dureza es obtenido a partir del tamaño o la profundidad de la depresión que se genera sobre el material de prueba.

Las pruebas de dureza se realizan a escalas macro, micro y nano, el empleo de una u otra depende de la microestructura y de las propiedades del material en estudio; en cada una de ellas las herramientas de medición son distintas, así como la manera de reportar los resultados. Entre los métodos o escalas de medición más comunes se encuentran: Rockwell, Brinell, Vickers, Knoop y Shore. Existen tablas de conversión para encontrar la equivalencia entre las anteriores.

Usualmente la dureza de un polímero es reportada en escala Shore, la cual considera la disipación de energía elástica en un impacto. El ensayo consiste en dejar caer un indentador dentro de un escleroscopio, apartado 250 mm por encima de la superficie y registrar la altura alcanzada, mediante una gradación de 140 divisiones, después de haber rebotado sobre ella; si un material es blando la altura será pequeña ya que al momento del impacto la absorción de energía será mayor.

La dureza Shore se mide en dos escalas, "Shore A" empleada para analizar dureza en polímeros suaves como el caucho y "Shore D" para polímeros duros como el nylon; para cada tipo de escala se tiene un indentador (figura 1.10), en el primer caso la fuerza de aplicación es 0.82 kgf, en el segundo 4.54 kgf (Microcoat Technologies, s.f.).

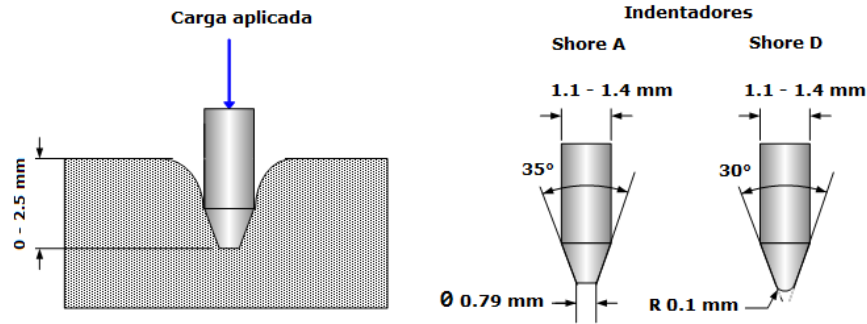


Figura 1.10 Indentadores Shore y esquema de aplicación de carga. Editado de Microcoat Technologies, s.f.

Para medir dureza, en este trabajo se ocupó el método Vickers, debido a la disponibilidad del equipo durante el desarrollo.

Un indentador Vickers estándar, es un diamante con forma de pirámide cuadrangular, cuyo ángulo entre caras es igual a  $136^\circ$  (figura 1.11). Emplea un rango de carga para los ensayos, desde aplicaciones menores a 1 kgf hasta 120 kgf. Las longitudes de las diagonales marcadas por el indentador sobre el material se utilizan para calcular el número de dureza Vickers (VHN, por sus siglas en inglés), de acuerdo con la expresión:

$$VHN = \frac{2P}{d^2} \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right) \frac{kg}{mm^2} \quad \dots 1.7$$

Donde  $d$  es la media aritmética de la longitud de las diagonales marcadas en  $[d_n]_u = mm$ ,  $P$  es la carga aplicada medida en  $[P]_u = kg$  y  $\alpha$  es el ángulo entre caras (Mangonon, 1999).

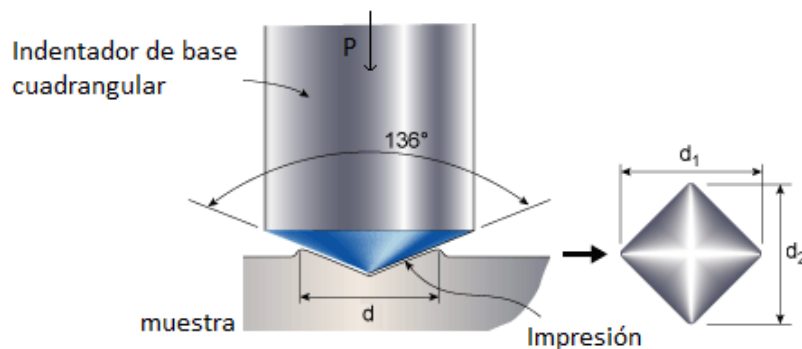


Figura 1.11 Indentador Vickers y su impresión sobre una muestra. Modificado de Alhashmy, 2012.

Otra manera para determinar el valor de la dureza es a través de la relación que existe entre la aplicación gradual de una carga y el desplazamiento de un indentador, desde el momento en que la punta de la pirámide toca la superficie. Con lo anterior es posible generar una curva que define el esfuerzo necesario para lograr marcar una huella sobre el material. Este método de análisis se halla fuera del alcance de este trabajo, pero a continuación se describe brevemente la curva obtenida en este tipo de ensayos.

En la figura 1.12 se muestra una curva carga-desplazamiento junto a un esquema que señala el hundimiento máximo y la huella que el indentador marca sobre la superficie al ser retirado.

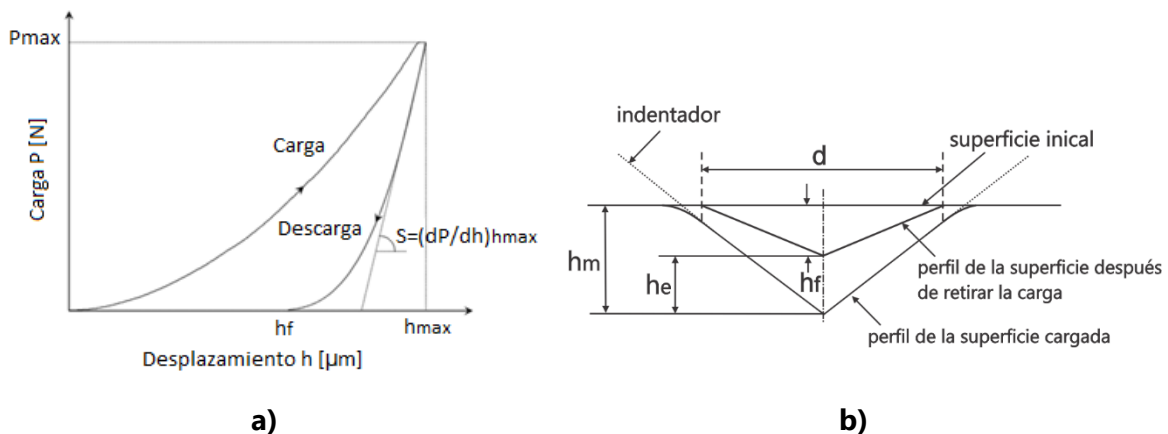


Figura 1.12 a) Ejemplo de una curva carga-desplazamiento obtenida en un ensayo de dureza. b) Esquema del desplazamiento de material con un indentador Vickers. Modificado de Oliver & Pharr, 1992.

Del lado izquierdo, en la gráfica se distingue que la carga ( $P$ ) y el desplazamiento ( $h$ ), medido verticalmente a partir de la superficie, incrementan hasta llegar a un valor máximo de carga ( $P_{max}$ ) definido, el cual se mantiene por un lapso de tiempo alcanzando el desplazamiento máximo del material ( $h_{max}$ ). Del lado derecho de la curva (figura 1.12b), es posible visualizar la descarga progresiva, donde el desplazamiento del material cambia de dirección debido a la recuperación elástica, retrocediendo cierta altura ( $h_e$ ), por último, se detiene a una altura final ( $h_f$ ) que ocupa la huella plasmada debido a la deformación plástica en el material.

La complejidad de este último método está ligada a la caracterización de la curva, ya que debe conocerse el preciso instante en que el indentador toca la superficie, así como la pendiente de la curva, ajustándola a un modelo que demuestre el comportamiento del material. El procedimiento ha ido evolucionando al ensayar diferentes materiales con distintos equipos y permite relacionar la evolución con propiedades tales como el módulo de elasticidad.

#### 1.4 Polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE)

El UHMWPE es un material que ha sido considerado para una extensa gama de productos industriales tales como protecciones, revestimientos para barcos y camiones de transporte en líneas de producción de productos plásticos, sellos, entre otras. Una de las aplicaciones con especial interés se encuentra en el campo biomédico, en el que se utiliza dicho material para la fabricación de prótesis de huesos y articulaciones. Debido a las propiedades mecánicas, físicas y químicas que lo caracterizan, es un material con una utilización del 90% de su producción mundial en la industria (Kurtz, 2009).

El material empleado como caso de estudio en el presente trabajo es el UHMWPE. Este material proviene de una familia de polímeros cuya composición consiste principalmente en hidrógeno y carbono, familia conocida como polietilenos. Un polietileno es un polímero formado por un monómero llamado etileno ( $C_2H_4$ ), que es un gas con peso molecular de 28 g/mol, cuya fórmula química genérica es  $-(C_2H_4)_n-$  donde n representa el grado de polimerización; su representación química es la siguiente (Kurtz, 2009):

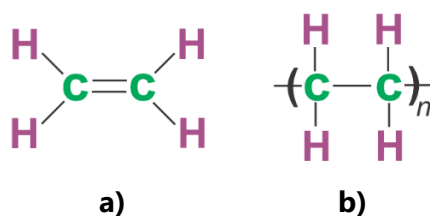


Figura 1.13 Estructuras químicas de a) etileno y b) polietileno.

Entre las propiedades físicas y mecánicas por las cuales el UHMWPE destaca, se encuentra su elevada resistencia al impacto, resistencia al desgaste abrasivo, inercia química y lubricidad.

Este material es llamado de ultra alto peso molecular debido a que su alto grado de polimerización considera cadenas moleculares que alcanzan las 200,000 unidades de etileno, es decir, alrededor de 400,000 átomos de carbono (Kurtz, 2009).

El UHMWPE cuenta con un peso molecular promedio de 6 millones de g/mol, característica que lo distingue de otros polímeros cuyo peso se halla en el orden de los miles de gramos por cada mol (Kurtz, 2009). Sus propiedades físicas más relevantes se muestran en la tabla 1.1.

Tabla 1.1 Valor promedio de algunas propiedades típicas del UHMWPE

| Propiedad                                                                          | Valor para UHMWPE             |
|------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|
| Peso molecular ( $10^6$ [g/mol])                                                   | 3.5 – 7.5                     |
| Temperatura de fusión (°C)                                                         | 132 – 138                     |
| Relación de Poisson                                                                | 0.46                          |
| Gravedad específica                                                                | 0.925 – 0.945                 |
| Módulo de elasticidad a tensión (GPa)                                              | 0.5 – 0.8                     |
| Resistencia a la fluencia a tensión (MPa)                                          | 21 – 28                       |
| Resistencia última a tensión (MPa)                                                 | 39 – 48                       |
| Elongación última a tensión (%)                                                    | 350 – 525                     |
| Resistencia al impacto, Izod* (J/m de corte;<br>3.175 [mm] de ancho del espécimen) | > 1070 ( <i>Sin ruptura</i> ) |
| Grado de cristalinidad (%)                                                         | 39 – 75                       |
| * Ensayo conducido a 23°C                                                          |                               |

Adaptada de Kurtz, 2009.

El interés por el estudio del polietileno de ultra alto peso molecular en este trabajo se debe principalmente a su aplicación en el área biomédica. Desde los años 1950's ha sido considerado en el estudio de prótesis, siendo implementado en cadera, rodilla, hombro, codo, tobillo y espina dorsal; ejemplos de este tipo de sustitutos se muestran en la figura 1.14.

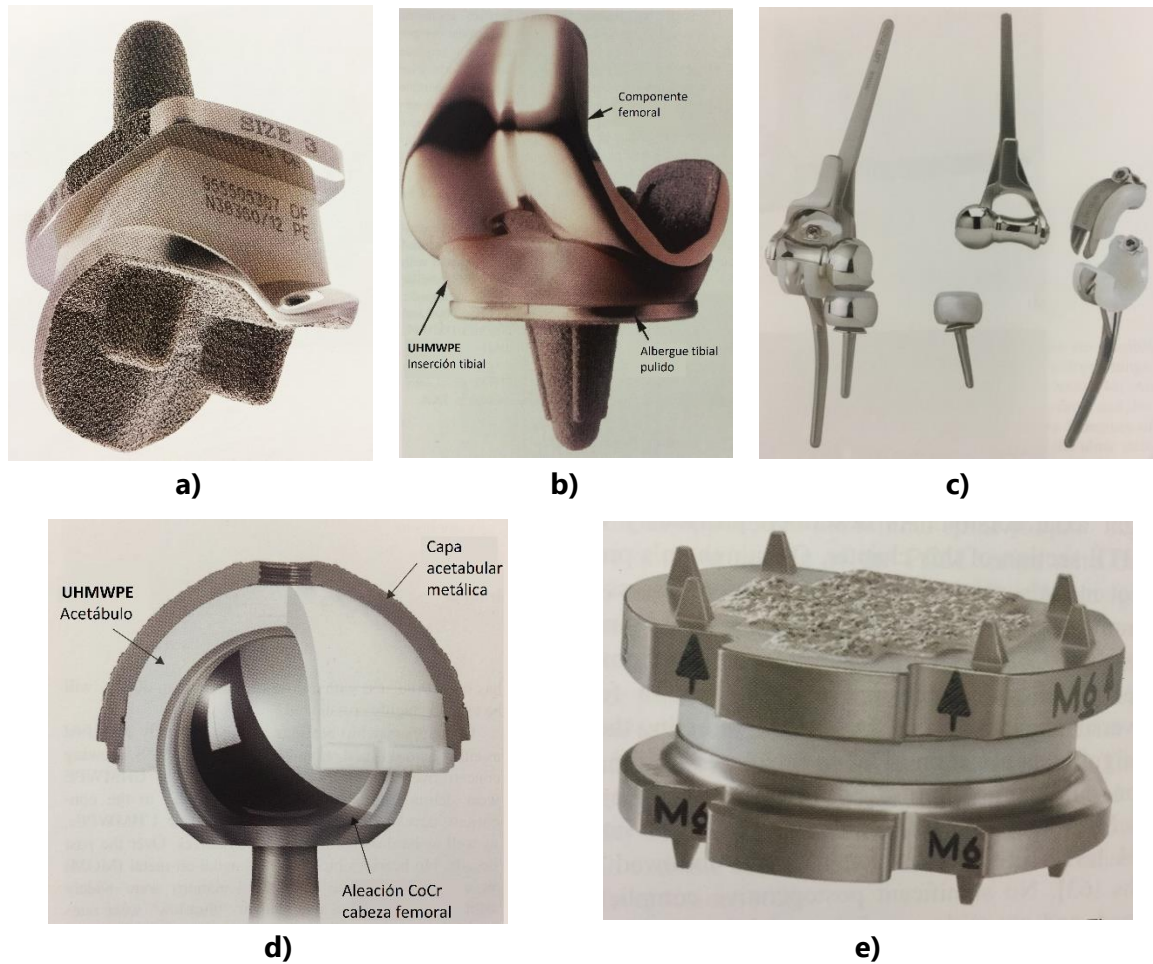


Figura 1.14 Prótesis de diferentes partes del cuerpo, a) tobillo, b) rodilla, c) codo, d) cadera y e) espina dorsal.  
 Tomado de Kurtz, 2009.

La libertad de movimiento y las cargas en múltiples direcciones que soportan las partes del cuerpo a las que sustituye una prótesis, así como la interacción con las sustancias que se encuentran dentro del organismo, hacen que la vida útil de una prótesis sea corta (de 15 a 20 años en una prótesis de cadera, por ejemplo) (Kanaga, et al., 2008). Estas herramientas de apoyo provocan dolor con su desgaste y a partir de este, perjudican la salud de su portador con el paso del tiempo.

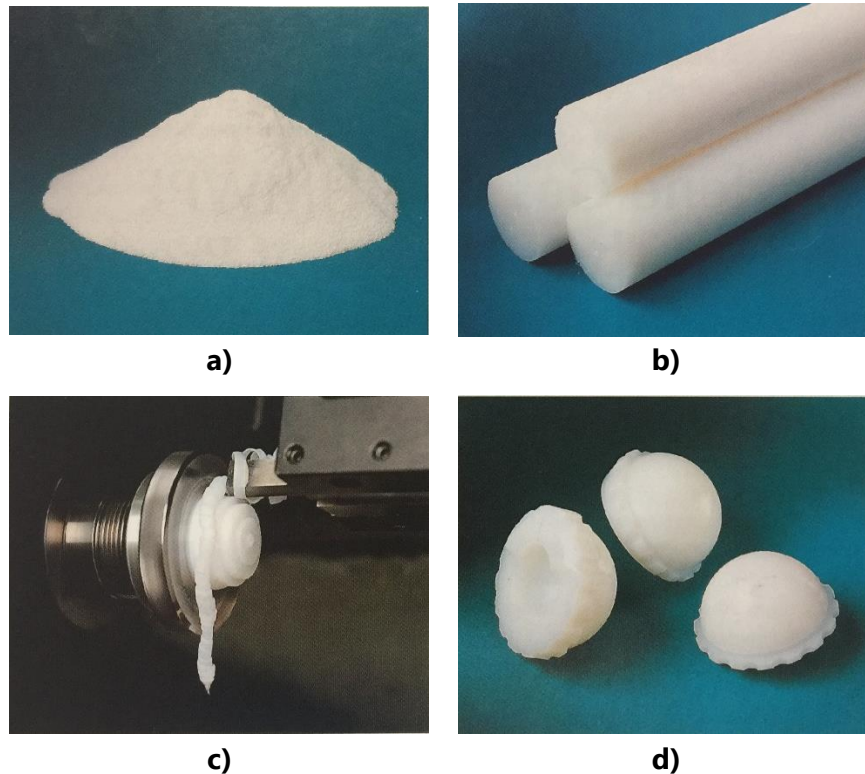
Cuando una prótesis se desgasta, las funciones que desempeña se alejan de las deseadas por cambios en su geometría. Además, las partículas que se desprenden de dichas piezas de trabajo con la abrasión se alojan como desechos que el cuerpo no elimina fácilmente, lo que provoca complicaciones o enfermedades a futuro, tales como la osteólisis; como consecuencia, la pieza debe ser sustituida mediante un procedimiento médico delicado y el paciente debe ser monitoreado cuando eso ocurre.

Por ello, el diseño y los materiales con que se fabrica una prótesis deben someterse a estudios rigurosos donde se busque la mejora en sus características.

Con el paso del tiempo este material se ha sujeto a análisis que involucran el diseño, el conformado y el maquinado de piezas, así como tratamientos posteriores que están relacionados directamente con la mejora de propiedades físicas y mecánicas que minimizan los riesgos de desgaste, oxidación y falla, favoreciendo la vida útil de las prótesis. Como consecuencia, se ha conseguido mejorar la calidad de vida de las personas que las poseen, ya que se disminuye el daño anatómico y de ese modo, se evita la afectación de otras partes del cuerpo; incluso se ha permitido que algunos pacientes dejen atrás su incapacidad para realizar ciertas actividades.

#### 1.4.1 Proceso de producción de implantes ortopédicos

Para ir de abstracciones ideales a implantes deben ocurrir tres etapas, primero, el UHMWPE debe ser polimerizado del gas de etileno, segundo, una vez polimerizado en forma de polvo de resina, el material se consolida en una placa, cilindro o algo que se asemeje a la forma que tendrá el implante, por último, el implante se maquina en su forma final, la cual en ocasiones se consigue en un proceso directo llamado moldeo por compresión. En cada una de las etapas mencionadas, el material puede llegar a presentar alteraciones sutiles en sus propiedades, principalmente en la etapa de síntesis y en la de conformado.



*Figura 1.15* Pasos a seguir en el proceso típico de manufactura para implantes de UHMWPE, comenzando por la resina en polvo a), seguido de la preforma b), su maquinado c) y la obtención de la pieza final d); en este caso, componentes acetabulares para prótesis de cadera. Tomado de Kurtz, 2009.

## Polimerización

Los ingredientes principales para producir UHMWPE son etileno (gas reactivo), hidrógeno y tetracloruro de titanio (catalizador). La polimerización tiene lugar en un solvente empleado para la transferencia de calor y de masa. El catalizador es la clave para producir polvo de UHMWPE blanco con impurezas reducidas (figura 1.15a). Los requerimientos para un grado médico de UHMWPE se especifican en la norma ASTM F648 y en la norma ISO 5834-1 (Kurtz, 2009).

Las impurezas residuales del catalizador como rastros de titanio, aluminio y cloro, los rastros de calcio y el contenido de cenizas, dependen del almacenamiento y el manejo de polvo después de la polimerización.

## Conformado

El UHMWPE es conformado bajo condiciones de temperatura superiores a los 135 °C y presiones cercanas a los 200 MPa ya que cuenta con alta viscosidad de fusión (Yilmaz, et al., 2017). El material semi terminado es usualmente producido mediante moldeo por compresión o extrusión directa (figura 1.15b). El proceso requiere la combinación apropiada de temperatura, presión y tiempo.

El mecanismo que gobierna el conformado es la auto-difusión, por el cual las cadenas o segmentos de cadena y las partículas de resina se mezclan a un nivel molecular. La cinética de la difusión granular es promovida por la proximidad de las caras a elevadas presiones y la movilidad de las cadenas del polímero por activación térmica a elevadas temperaturas.

Actualmente existen dos tipos de resina de UHMWPE producida por Hoechst® (Oberhausen, Alemania), aceptadas y empleados en el mundo dentro del mercado ortopédico, cuyo acrónimo de identificación mundial se deriva de "Granular UHMWPE Ruhrchemie" (antiguo nombre de Hoechst), estas son: GUR 1050 y GUR 1020; la diferencia entre ellas se muestra en la tabla 1.2.

Tabla 1.2 *Resumen de las principales propiedades ( $\pm$  Desviación estándar) físicas y mecánicas a tensión, del UHMWPE extruido y moldeado.*

| Material          | Densidad (kg/m <sup>3</sup> ) | Esfuerzo de fluencia a tensión (MPa) | Esfuerzo último a tensión (MPa) | Elongación a la fractura (%) |
|-------------------|-------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------|------------------------------|
| GUR 1020 Extruido | 935 $\pm$ 1                   | 22.3 $\pm$ 0.5                       | 53.7 $\pm$ 4.4                  | 452 $\pm$ 19                 |
| GUR 1020 Moldeado | 935 $\pm$ 1                   | 21.9 $\pm$ 0.7                       | 51.1 $\pm$ 7.7                  | 440 $\pm$ 32                 |
| GUR 1050 Extruido | 931 $\pm$ 1                   | 21.5 $\pm$ 0.5                       | 50.7 $\pm$ 4.2                  | 395 $\pm$ 23                 |
| GUR 1050 Moldeado | 930 $\pm$ 1                   | 21.0 $\pm$ 0.7                       | 46.8 $\pm$ 6.4                  | 373 $\pm$ 29                 |

*Extraído de Kurtz, 2009.*

#### 1.4.2 UHMWPE Tivar® 1000

Conforme al desarrollo tecnológico en el estudio de pares de contacto inmersos en medios biológicos, se ha logrado obtener polímeros (UHMWPE) con estructuras complejas a través de ataques químicos, tratamientos térmicos y refuerzos de otros materiales, sin embargo, para el presente trabajo se ha utilizado una muestra de material para uso comercial ya que el enfoque está direccionado a la metodología llevada a cabo para el estudio de la superficie de un polímero.

El material empleado en el presente trabajo es un UHMWPE Tivar® 1000, el cual, ha sido caracterizado en un trabajo previo al presente, mediante pruebas mecánicas tales como ensayos de tracción y relajación de esfuerzos (Hernández, 2015).

En la siguiente tabla se muestran las especificaciones reportadas por el fabricante del material en cuestión:

Tabla 1.3 *Algunas Propiedades de UHMWPE Tivar® 1000*

| Propiedad                                | Valor para UHMWPE |
|------------------------------------------|-------------------|
| Temperatura de fusión (°C)               | 135               |
| Conductividad térmica (W/m-K)            | 0.41              |
| Gravedad específica (g/cc)               | 0.93              |
| Módulo de elasticidad a tensión (GPa)    | 0.55              |
| Resistencia última a tensión (MPa)       | 40                |
| Elongación última a tensión (%)          | 300               |
| Resistencia a la compresión (MPa)        | 20.7              |
| Módulo de elasticidad a compresión (GPa) | 0.55              |
| Resistencia a la flexión (MPa)           | 24.1              |
| Módulo de elasticidad a flexión (GPa)    | 0.6               |
| Resistencia al corte (MPa)               | 33.1              |
| Dureza, Shore D                          | 66                |
| Coeficiente de fricción, dinámico        | 0.12              |

*The Quadrant group of companies, 2018.*

## Capítulo 2 Equipos empleados para la caracterización superficial

### 2.1 Métodos de medición superficial

El perfil de una superficie es comúnmente medido con apoyo de herramientas que pueden tener contacto o no con secciones de esta a lo largo de una muestra, obteniendo a través de ellas, mapas que exhiben la geometría de la superficie a cierta escala, ya sea del perfil de una trayectoria o de determinadas regiones sobre una muestra. Las herramientas que sí tienen contacto, llevan a cabo un escaneo, empleando piezas de trabajo muy finas que tocan las muestras en estudio y son capaces de detectar particularidades que definen a la superficie, en cambio, las herramientas que no tienen contacto, utilizan métodos ópticos sensibles que detectan las diferentes alturas correspondientes al perfil; en ambos casos, se cuenta con sistemas de retroalimentación que garantizan los rangos de medición en una cantidad de puntos consecutivos, distribuidos uniformemente para hacer posible la localización de picos y valles existentes.

A continuación, en la tabla 2.1, se muestran algunas técnicas de medición y sus características generales (Khonsari & Booser, 2001):

Tabla 2.1. *Técnicas representativas en la medición de superficies*

| Tipo de medición                             | Resolución, $\mu\text{m}$                       |               | Dimensiones | Comentarios                                                                   |
|----------------------------------------------|-------------------------------------------------|---------------|-------------|-------------------------------------------------------------------------------|
|                                              | Lateral                                         | Vertical      |             |                                                                               |
| Métodos de no contacto                       |                                                 |               |             |                                                                               |
| Métodos ópticos                              |                                                 |               |             |                                                                               |
| Microscopio óptico                           | 0.25 – 0.35                                     | 0.18 – 0.35   | 3D          | Depende de la calidad del sistema óptico                                      |
| Seccionado por palpador                      | 0.25 – 0.35                                     | 0.18 – 0.35   | 2D          | Técnica destructiva                                                           |
| Interferometría óptica                       | 0.5                                             | 0.001         | 2D          | Superficies muy suaves <sup>a</sup> , bandas de transmisión $< 100\text{ nm}$ |
| Reflectancia óptica                          |                                                 | 0.002 – 0.003 | 1D, 3D      |                                                                               |
| Microscopía electrónica                      |                                                 |               |             |                                                                               |
| Microscopia electrónica de barrido (SEM)     | 0.01                                            | -             | 3D          | Requiere vacío                                                                |
| Microscopia electrónica de transmisión (TEM) | 0.005                                           | 0.0025        | 3D          | Requiere vacío                                                                |
| Microscopía de fuerza atómica (AFM)          | Resolución atómica                              | -             | 3D          | No requiere vacío                                                             |
| Métodos de contacto                          |                                                 |               |             |                                                                               |
| Perfilometría                                | 1.3 – 2.5                                       | 0.005 – 0.25  | 1D, 2D, 3D  | El límite de resolución depende del tamaño de la punta                        |
| Replicas (impresiones negativas)             | Detalles de la superficie duplicados hasta 2 nm |               |             | Es utilizado cuando la superficie no puede ser directamente examinada         |
| Capacitancia                                 | 1.5                                             | -             | 1D          | Entre dos superficies conductoras                                             |
| Medición de aire                             | 0.1                                             | -             | 1D          | Flujo entre dos superficies                                                   |

<sup>a</sup> En óptica, una superficie suave se caracteriza por ser regular, dos veces diferenciable, esto es una superficie sin picos ni discontinuidades (Aregay, et al., 1996).

*Modificado de Williams, 2005.*

En el presente trabajo se han utilizado dos equipos para analizar una pieza de UHMWPE, ambas herramientas, cuentan con la posibilidad de ser utilizadas en modo contacto y no contacto; un microscopio de fuerza atómica como parte de la caracterización de fricción y un rugosímetro óptico como parte de la caracterización tanto de rugosidad como de dureza del material en estudio. El funcionamiento de tales equipos se describe en los próximos subtemas.

## 2.2 Perfilometría

Una de las herramientas más comunes que ha sido empleada para el estudio de fricción a lo largo del tiempo es el perfilómetro, éste ofrece precisión en un alto rango de materiales y condiciones de superficie incluyendo tejidos, biomateriales, polímeros, metales, compuestos y cerámicos.

Los perfilómetros están constituidos por dos partes principales, un detector y una plataforma. El detector determina la localización de puntos sobre la superficie mientras que la plataforma sostiene la muestra. En algunos sistemas la plataforma se mueve para permitir la medición, en otros el detector se desplaza y en ciertos casos, ambos se mueven.

Existen dos tipos de perfilómetros: ópticos y de contacto. Los perfilómetros de contacto utilizan una herramienta que se mantiene cerca de la superficie, es capaz recorrerla y obtener información de la misma; mediante un sistema de retroalimentación se monitorea la fuerza aplicada durante el escaneo a partir de un punto de referencia para reconstruir la imagen de la región analizada. Los perfilómetros ópticos, utilizan un haz de luz en lugar de un objeto que toque la superficie, la clave está en dirigir el haz de tal manera que la superficie en 3D llegue a ser detectada (Nanociencie Instruments, 2017).

Los perfilómetros modernos pasan señales a través de filtros que separan longitudes de onda largas (ondulaciones) de los componentes de las longitudes de onda cortas (rugosidades), las cuales, son amplificadas para llevar a cabo su análisis a detalle por medio de algún *software*. Mientras la punta se desplaza, actúa una herramienta especial que agrega un segundo eje de movimiento para repetidas trayectorias espaciadas (paralelas) sobre la superficie, lo que permite obtener un mapa tridimensional de la textura de la superficie que caracteriza la región deseada. En la figura 2.1 se ilustran los términos mencionados que describen la morfología superficial.

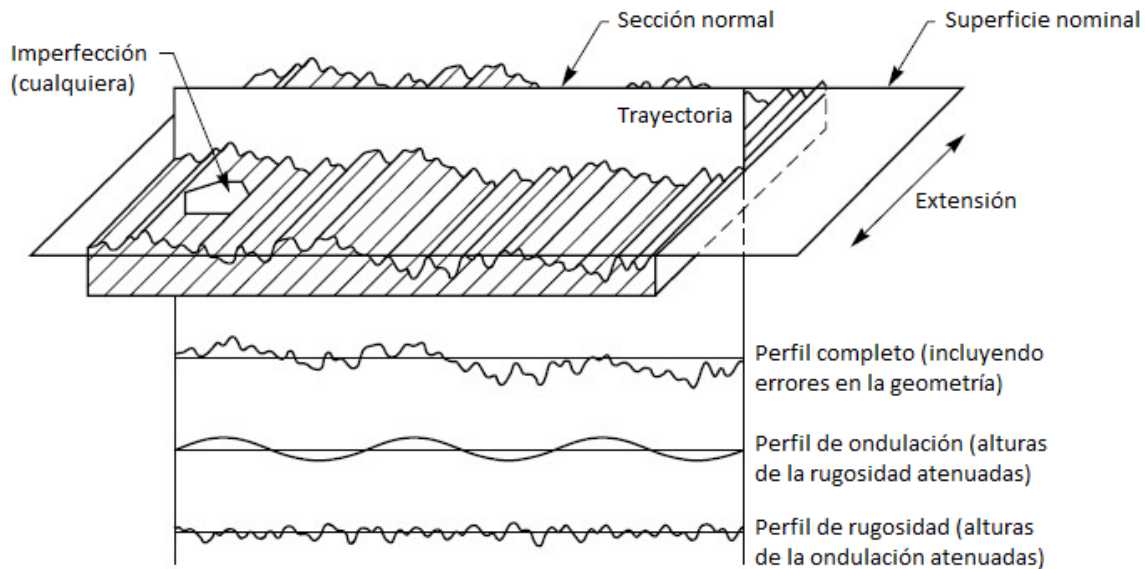


Figura 2.1 Características básicas de una estructura superficial. Adaptado de Khonsari, 2001.

### 2.3 Microscopio de fuerza atómica (AFM)

El microscopio de fuerza atómica utiliza una punta de prueba que usualmente tiene un radio menor a 100 nm (Khonsari & Booser, 2001); la punta sirve para realizar pruebas mecánicas, adhesivas, magnéticas, ópticas, térmicas, entre otras, a través de diferentes modos de operación, ésta trabaja de manera similar a un perfilómetro mecánico, se acerca a la superficie e interacciona con la muestra del material en estudio (figura 2.2). Las mediciones se pueden llevar a cabo en diferentes medios: aire libre, atmósferas controladas, líquidos o al vacío.

La punta se encuentra sujeta al extremo de un cantiléver cuyo comportamiento mecánico sirve como referencia para conocer la interacción entre la punta y la superficie, las fuerzas electromecánicas entre la punta de prueba y la superficie de la muestra producen la deflexión y torsión del cantiléver. El movimiento de la punta conduce a que esta recorra las irregularidades existentes y convierte la respuesta en señales eléctricas analógicas. La imagen topográfica de la superficie de una muestra representa la convolución de la geometría de la punta y la geometría de la muestra (Eaton & West, 2010). La rugosidad de la superficie es medida con una resolución lateral en un rango menor a los 2 nm (Khonsari & Booser, 2001).

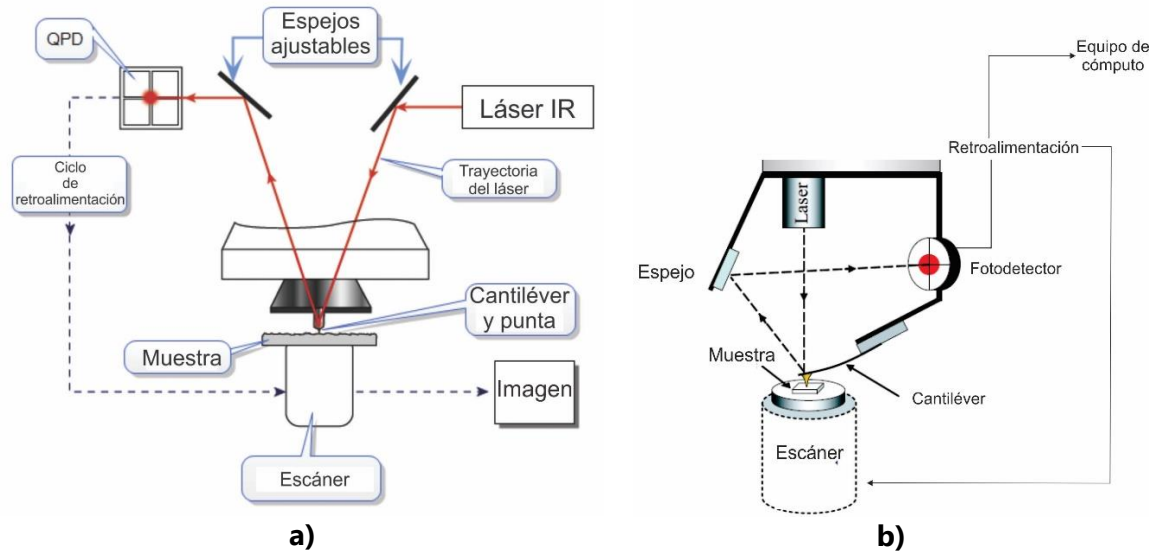


Figura 2.2 Esquema de la configuración física del AFM. a) Vista frontal; b) Vista lateral. Tomado de Figueroa, 2016.

La detección de movimientos de la punta se logra a través de un fotodetector que recibe el reflejo de un haz de láser (infrarrojo) proyectado sobre la parte superior del cantiléver (figura 2.3), el fotodetector se compone de cuatro cuadrantes que definen los ángulos de deflexión del cantiléver (desde su posición de equilibrio) con la aplicación de fuerzas que, para ángulos pequeños, son linealmente proporcionales a las deflexiones de la punta; este método es conocido como desviación del haz óptico y funciona de la siguiente manera: la diferencia de señal entre los dos segmentos superiores y los dos segmentos inferiores, es decir  $(a + b) - (c - d)$ , da como resultado la deflexión vertical (medida en volt), y la diferencia entre los dos segmentos que se encuentran en el extremo izquierdo y los dos que se encuentran en el extremo derecho dan como resultado la deflexión lateral, i.e.  $(b + d) - (a + c)$ .

En la búsqueda por mejorar la resolución, otras técnicas han sido probadas, considerando materiales como piezoeléctricos y fibras ópticas.

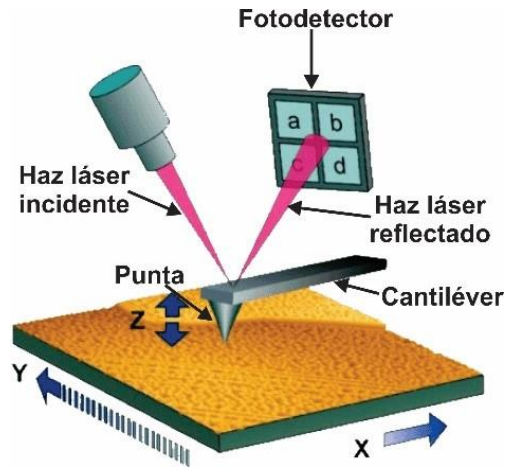


Figura 2.3 Esquema de la zona de interacción entre punta y muestra en un AFM. Tomado de Figueroa, 2016.

Entre los principales modos de operación del AFM, los más utilizados son el modo tapping (dinámico) y el modo contacto (estático), los cuales se diferencian por la forma en que la punta interactúa con la muestra.

En el modo *tapping*, la punta se aproxima a la muestra y se mantiene una frecuencia de oscilación del cantiléver al aplicar sobre él una diferencia de potencial, ello provoca la generación de fuerzas de *Van der Waals* entre la superficie de la muestra y la punta, que a su vez, produce cambios en la amplitud de oscilación del cantiléver, relacionados con el desplazamiento en dirección *z* de la punta.

En cambio, en el modo *contacto*, se aplica una diferencia de potencial sobre el cantiléver (*setpoint*) que mantiene a la punta en contacto con la superficie y al desplazar la muestra con respecto de la punta en dirección *x* o *y*, se generan señales que modifican el voltaje tanto en el comportamiento lateral (torsión) como en el vertical (deflexión), las cuales se relacionan con el cambio en dirección *z* de la punta. (Figueroa, 2016).

Para apoyar la caracterización de fricción en el presente trabajo, se obtuvo información del perfil superficial usando un microscopio de fuerza atómica marca *Bruker®* modelo *Innova* mediante el método de contacto.

### 2.2.1 Modelos de caracterización de cantiléver empleados en el AFM

La invención del microscopio de fuerza atómica surgió como una extensión de las aplicaciones del microscopio de efecto túnel (STM), haciendo posible el análisis de materiales no conductores a una escala atómica (Carpick & Salmeron, 1997).

Un STM requiere que, tanto los materiales de la punta como los de las muestras sean conductores, generando un tunelamiento de electrones al producir una señal eléctrica entre ellos (Nobel Media ©, 2017). En el caso del AFM, los sensores de fuerza son fabricados con semiconductores que permiten el flujo de corriente, y como consecuencia de ello, se hace posible la realización de ensayos que involucran materiales no conductores.

Existen diversos tipos de cantiléver y cualquiera de ellos puede ser utilizado en cada modo de operación del AFM, las señales obtenidas en las mediciones deben ser calibradas a las fuerzas de fluencia para acotar resultados; entre los parámetros necesarios, se requiere conocer las constantes de fuerza (lateral, normal y de torsión) del cantiléver, cálculo que se obtiene mediante modelos matemáticos o métodos numéricos debido a la complejidad de su estudio a cierta escala y geometría. Hasta la fecha no se ha estandarizado algún método para cierto tipo de cantiléver; diferentes autores han logrado comparar sus estimaciones contra resultados obtenidos mediante el empleo de análisis por elemento finito (FEA, por sus siglas en inglés).

Para el presente trabajo se utilizaron dos puntas de prueba comerciales, cada una con diferente geometría para obtener resultados comparativos a partir de la superficie de una muestra, considerando los siguientes modelos: en el caso del cantiléver rectangular, O'Shea et al. en 1993 encontraron expresiones matemáticas para las constantes de fuerza lateral, normal y de torsión, Neumeister y Ducker en 1994 hallaron las mismas a partir de un cantiléver triangular o en forma de "V".

Las constantes de fuerza son calculadas asumiendo espesores constantes a lo largo del cantiléver, para un comportamiento elástico continuo de sólidos isotrópicos.

El modelo de un cantiléver rectangular tiene fundamento en el comportamiento mecánico de una viga en voladizo y el modelo de un cantiléver triangular se basa en el comportamiento mecánico de dos vigas en voladizo inclinadas o vigas prismáticas unidas a una placa triangular al frente; todas, deformándose por flexión y torsión.

Una de las aplicaciones más relevantes es la determinación del coeficiente de fricción  $\mu$ , definido como la relación entre fuerzas laterales o fuerzas longitudinales y fuerzas normales durante el deslizamiento. Para su determinación se requiere tener conocimiento de las constantes del cantiléver normal y longitudinal/lateral, así como de los desplazamientos de la punta (Neumeister & William, 1994).

Para el análisis de fricción realizado en esta tesis, se han empleado las expresiones matemáticas que definen las constantes de rigidez lateral y normal obtenidas por los autores antes mencionados, dichos modelos se calibraron usando resultados de ensayos de espectroscopia de fuerza en el AFM y especificaciones de los fabricantes para cada una de las puntas empleadas.

La determinación de la constante lateral determina el tipo de movimiento que efectúa la punta sobre la superficie y permite identificar si su movimiento es continuo o interrumpido por algún fenómeno aditivo (detalle que rebasa el alcance de esta tesis); además, determina la separación entre la posición aparente y la posición real de la punta durante el escaneo (Neumeister & William, 1994). La constante normal permite encontrar la fuerza necesaria para mantener contacto con la superficie de la muestra.

Para un cantiléver rectangular:

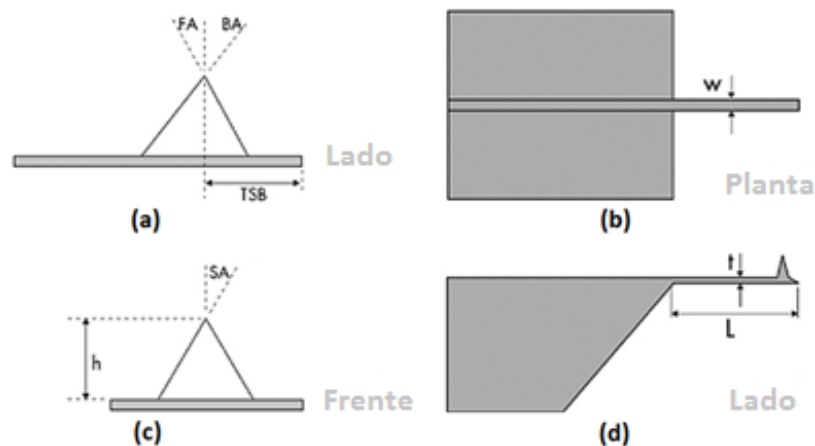


Figura 2.4 Esquema de la punta y el cantiléver. (a) Vista de lado y (c) frente de la punta. (b) Vista de planta y (d) lado del cantiléver. Recuperado de Bruker Nano Inc., 2018.

La constante lateral es

$$k_L = \frac{Gwt^3}{3lh^2} \quad \dots 2.1$$

Donde,

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad \dots 2.2$$

Y la constante normal:

$$k_N = \frac{Ewt^3}{4l^3} \quad \dots 2.3$$

Para un cantiléver con longitud  $l$ , espesor  $t$ , altura del extremo inferior de la punta al cantiléver  $h$ , módulo de Young  $E$  y módulo de rigidez a corte  $G$ , considerando una relación de Poisson  $\nu$ .

En cambio, para un cantiléver triangular:

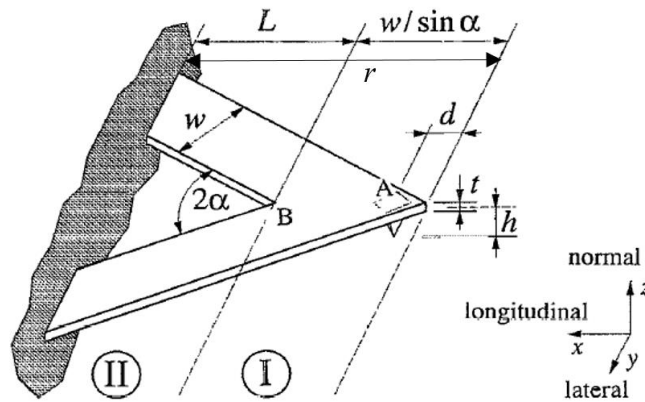


Figura 2.5 Esquema del cantiléver triangular donde se muestran ambas secciones consideradas para el modelo matemático. Recuperado de Neumeister & William, 1994.

La constante lateral es

$$k_y = \frac{Et^3}{3(1 + \nu)h^2} \left( \frac{1}{\tan \alpha} \log \frac{w}{d \sin \alpha} + \frac{L \cos \alpha}{w} - \frac{3 \sin 2\alpha}{8} \right)^{-1} \quad \dots 2.4$$

Y la constante normal,

$$k_z = \frac{1}{c_z} \quad \dots 2.5$$

Donde  $c_z$  se refiere a un factor que representa el comportamiento de la geometría.

Siendo,

$$\Delta_N = \Delta_I + \Delta_{II} + \theta_{II} \left( \frac{w}{\sin \alpha} - d \right) = N c_z \quad \dots 2.6$$

La expresión de deflexión total  $\Delta_N$ , conformada por la deflexión de la placa triangular  $\Delta_I$ , la deflexión de las vigas prismáticas  $\Delta_{II}$  y la rotación de las vigas prismáticas  $\theta_{II}$ , que es lo mismo que  $c_z$  multiplicada por la fuerza normal  $N$ .

En que cada uno de los miembros que componen la expresión anterior implica:

$$\Delta_I = \frac{3N}{Et^3 \tan \alpha} \left[ \left( \frac{w}{\sin \alpha} - 2d \right) - d^2 \left( 2 \log \frac{w}{d \sin \alpha} + 1 \right) \right] \quad \dots 2.7$$

$$\Delta_{II} = \frac{NL^2}{Ewt^3 \cos^2 \alpha} \left( \frac{2L}{\cos \alpha} + 3 (w \cot \alpha - d \cos \alpha - r \sin \alpha) \right) \quad \dots 2.8$$

$$\theta_{II} = \frac{3NL(1 + \nu)}{Ewt^3 \cos \alpha} \left( \frac{w}{\sin \alpha} - d + r \cot \alpha \right) \quad \dots 2.9$$

$$r = \frac{L \tan \alpha + (w - d \sin \alpha)(1 - \nu) \cos \alpha}{2 - (1 - \nu) \cos^2 \alpha} \quad \dots 2.10$$

Donde:

$r \triangleq$  longitud total del cantiléver,

$w \triangleq$  ancho de las vigas, de la altura del extremo inferior de la punta a la mitad del espesor del cantiléver,

$t \triangleq$  espesor del cantiléver,

$\nu \triangleq$  relación de Poisson,

$E \triangleq$  módulo de Young y

$\alpha \triangleq$  ángulo de inclinación de las vigas en las que se divide la geometría del cantiléver triangular para su modelado, es decir, la mitad del ángulo que se forma en la unión de las vigas prismáticas con la placa triangular.

Como se observa para ambos modelos, es necesario conocer las propiedades mecánicas del material con que se fabricaron, tales como el módulo de Young, el módulo de rigidez a corte y la relación de Poisson, además de las dimensiones del cantiléver.

Existe gran dificultad en el procedimiento de caracterización punta-cantiléver, ligada al tamaño y la complejidad de sus geometrías. Además, conocer su estructura y composición química, así como la interacción entre el par de contacto muestra-punta son aspectos que requieren analizarse con detenimiento, ya que diferentes materiales con distintas formas de punta han otorgado diferencias significativas al comparar resultados entre sus mediciones.

### 2.2.2 Espectroscopia de fuerza

Además de obtener el perfil topográfico de la superficie en el AFM, es posible realizar indentaciones o simplemente aproximaciones a la superficie para conocer datos como las fuerzas aplicadas sobre la muestra, dependiendo del modo de operación en que se utilice el microscopio de fuerza atómica.

La espectroscopia de fuerza consiste en la aproximación de la punta a la superficie antes de llegar a un rango plástico (antes de una indentación). Manteniendo la posición  $x$ - $y$  de la punta, ésta se desplaza hacia abajo (en dirección  $z$ ), se mide la deflexión del cantiléver al acercarse y retraerse de la superficie y finalmente, se obtiene una curva de voltaje-desplazamiento o distancia recorrida verticalmente.

El AFM mide directamente la fuerza entre los átomos o moléculas de contacto al final de la punta y en la superficie de la muestra. Como un cantiléver es altamente flexible y los instrumentos ópticos sumamente sensibles, es posible estudiar la interacción de moléculas individuales (Eaton & West, 2010).

Con las gráficas obtenidas mediante este ensayo, similares a la mostrada en la figura 2.6, se encuentra un factor de calibración de la fuerza aplicada, a partir de la pendiente de una sección sobre la curva que representa la aproximación de la punta hacia el material.

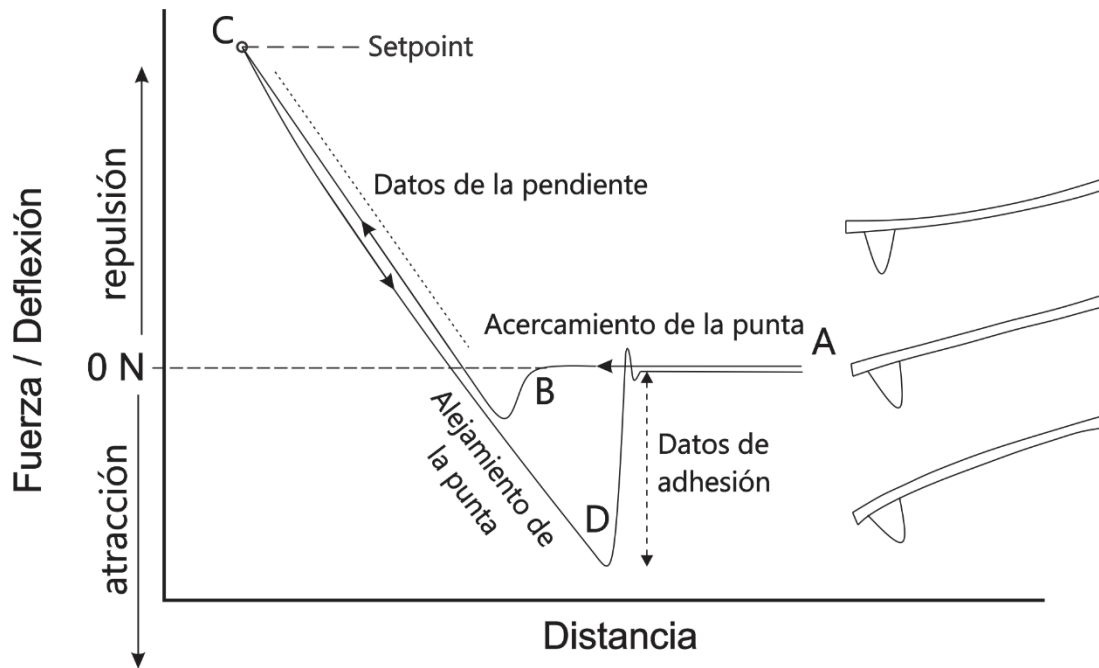


Figura 2.6 Modelo de la curva voltaje-desplazamiento observado al llevar a cabo la espectroscopia de fuerza  
Recuperado de Eaton & West, 2010.

Cuando la punta se encuentra lejos de la superficie de la muestra como en el punto representado con la letra A en la figura 2.6, se asume una deflexión nula en el cantiléver; a medida que la punta se acerca a la superficie, la punta siente inicialmente una fuerza de atracción normal, instantáneamente pierde estabilidad y alcanza la superficie en el punto representado con la letra B. Como el instrumento sigue empujando la punta hacia la muestra, la interacción pasa a un régimen repulsivo.

Al llegar al *setpoint*, indicado en el punto C, la dirección cambia, la punta esta ahora aplicando una fuerza a la muestra y la muestra aplica una fuerza de oposición a la punta en D, entonces la separación ocurre cuando la fuerza aplicada sobrepasa la adhesión entre la punta y la muestra. En este régimen, una combinación de flexión del cantiléver y compresión de la muestra ocurre, de acuerdo con el comportamiento entre el par de contacto que se forma.

Si la dirección del movimiento cambia, la interacción pasa nuevamente a un régimen de atracción y la punta permanece en la superficie bajo inestabilidad, apegándose a la superficie nuevamente. Es dentro del régimen repulsivo donde el modo contacto toma lugar.

## 2.4 Módulo Micro

La medición de rugosidad es uno de los ensayos que se mantiene en constante innovación, por lo que han surgido diversos métodos que involucran sistemas ópticos, eléctricos, entre otros, que cuentan con una mayor sensibilidad e involucran herramientas tales como el estereomicroscopio, iluminación de campo oscuro, intensidad de luz reflejada, luz monocromática, capacitancia y resistencia, dispersión de electrones, flujo de fluidos, entre otros. Varios de ellos entregan un promedio de rugosidad a lo largo de la superficie como resultado, algunos únicamente perfiles de la superficie en ciertas direcciones (Ludema, 1996).

Inventado en la universidad de Michigan, el método de medición de rugosidad estándar se llevó a cabo con el empleo de un trazador de superficie, que consistía, hasta la década de 1980, en una punta de diamante esférica o algún otro material duro (parecido a un perfilómetro) con una carga vertical aplicada de alrededor de 5 mN. La punta se movía a lo largo de la superficie sólida, desplazándose horizontal y verticalmente sobre un perfil (hacia arriba en los picos y hacia abajo en los valles), este último detectado por un sistema electrónico, amplificado posteriormente para varios propósitos. El radio estándar de la punta hasta ese momento era de 12.7  $\mu\text{m}$  (Ludema, 1996).

Después de la década de los 80's la introducción de puntas finas, así como la aplicación de carga se han optimizado alcanzando rangos del orden de nanómetros. Los sistemas de control, que guían los perfilómetros han alcanzado altas precisiones que admiten velocidades de menos de 1 mm/s y permiten medir a la par desde la ondulación hasta la rugosidad de la superficie, gracias a ello se ha permitido la determinación directa e indirecta de más de 42 parámetros que favorecen la caracterización (Ludema, 1996).

Para caracterizar rugosidad y dureza en este trabajo, se utilizó un sistema llamado Micro Module de la marca Nanovea® modelo ST400S, un rugosímetro óptico capaz de abarcar áreas de análisis superiores a los 100 x 100  $\mu\text{m}^2$  (Nanovea ©, 2017).

En el caso de la rugosidad, se ocupó el rugosímetro en modo no contacto, un sistema óptico cuyo principio de operación se basa en la técnica de cromática confocal, una de las técnicas ópticas con mayor precisión actualmente en medición de rugosidad, textura de superficies y acabados. Su precisión se debe a la relación entre longitudes de onda y alturas de puntos en la superficie en prácticamente cualquier material, además del alcance para medir ángulos críticos sin necesidad de emplear algoritmos complementarios para conocer geometrías complejas.

La técnica provee una intensidad de reflexión que destaca características no vistas en las variaciones de alturas en comparación con los perfilómetros (particularidad que puede ser usada para cuantificar variaciones de reflectividad de la superficie).

El sistema Micro consiste en un motor como actuador, una celda de carga y un capacitor, (alineados verticalmente), además de un microscopio óptico acoplado y servomotores que permiten el desplazamiento del objeto en estudio a lo largo de tres planos  $x, y$  o  $z$  (dos direcciones sobre el plano de planta  $x - y$ , sobre el cual se colocan las muestras).

La técnica de cromática confocal, utiliza una fuente que suministra energía, la cual pasa a través de circuitos de fibra óptica y un acoplador, posteriormente, pasa por un arreglo de lentes llamado pluma, el cual contiene un alto grado de aberración cromática, lo cual quiere decir que el enfoque de las diferentes longitudes de onda se halla en distintos puntos a lo largo del eje óptico o fuera del mismo, sobre el plano de incidencia, dependiendo de la incidencia directa u oblicua de la luz, respectivamente (Image Engineering ©, 2017).

El índice de refracción de los lentes hace que la distancia focal de cada longitud de onda varíe, por lo tanto, cuando cada longitud de onda de los fotones que componen la luz blanca se separa, éstas se refractan a diferentes distancias de la pluma, creando un rango de medición (figura 2.7). Cuando una superficie de interés se encuentra dentro del rango de medición una de las longitudes de onda de la luz blanca estará enfocada mientras las otras se hallan fuera de foco.

La luz blanca es posteriormente reflejada en la parte posterior de la pluma, pasando a través de un filtro que permite el cruce solo de la longitud de onda enfocada, hacia un espectrómetro CCD (Dispositivo de carga acoplado, por sus siglas en inglés), que se encuentra a la altura de los lentes, logrando una mejor resolución. El CCD registra e indica la longitud de onda que se ha enfocado, que responda a una distancia específica en un punto de la topografía de la superficie, a determinada distancia de los lentes (Nanovea ©, 2017).

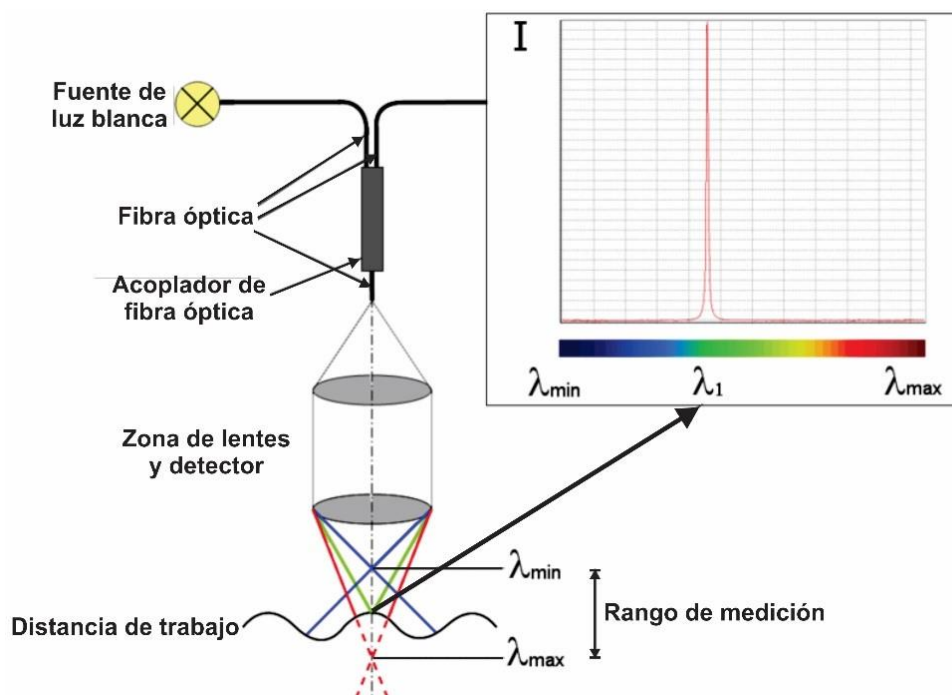


Figura 2.7 Esquema del principio de funcionamiento de la técnica de cromática confocal. Se observa que la mayor intensidad corresponde a la longitud de onda de la luz focalizada en el punto de interés. Tomada de Figueroa, 2016.

El módulo Micro cuenta con tres modalidades de ensayo en modo contacto, que son: indentación, rayado y desgaste a través de los cuales es posible estudiar superficies de materiales tan delgados como sustratos, revestimientos y películas. Para conocer la dureza, en este trabajo se empleará la modalidad de indentación.

Durante el proceso de indentación en el módulo Micro, un indentador es introducido en la superficie incrementando gradualmente el valor de la carga hasta alcanzar un valor objetivo. La medición de la carga posteriormente decrece con una completa o parcial relajación de la muestra, agregando una pausa al momento de alcanzar la carga máxima y de esa forma permitir el estudio de las propiedades de deformación. Este equipo permite medir la profundidad de la indentación, detectando su posición relativa a través del haz de luz reflejado.

Como es posible reconocer, los ensayos de dureza y microdureza sostienen la misma metodología, lo que realmente los distingue es la escala a la que se realizan, lo cual es útil para estudiar desde muestras profundas hasta películas, recubrimientos y constituyentes microestructurales.

En el equipo, otras modalidades de estudio son posibles incluyendo cargas constantes en ciclos múltiples para medición de fatiga y deformación elástico-plástica, o el incremento de carga para obtener propiedades contra la profundidad.

Durante un ensayo de microindentación es posible conocer la dureza, el módulo elástico, la tenacidad a la fractura, el esfuerzo de cedencia en compresión, la deformación elástica y plástica, entre otras.

## Capítulo 3 Desarrollo experimental

### 3.1 Metodología para la preparación de la probeta

La metodología presentada a continuación comprende desde el corte del material (UHMWPE) hasta las pruebas realizadas con los equipos de medición.

Se obtuvo la pieza de trabajo a través del corte de una placa fabricada con UHMWPE empleando una fresadora, las dimensiones de esta se adecuaron al espacio disponible para su fijación y medición en los equipos de prueba:

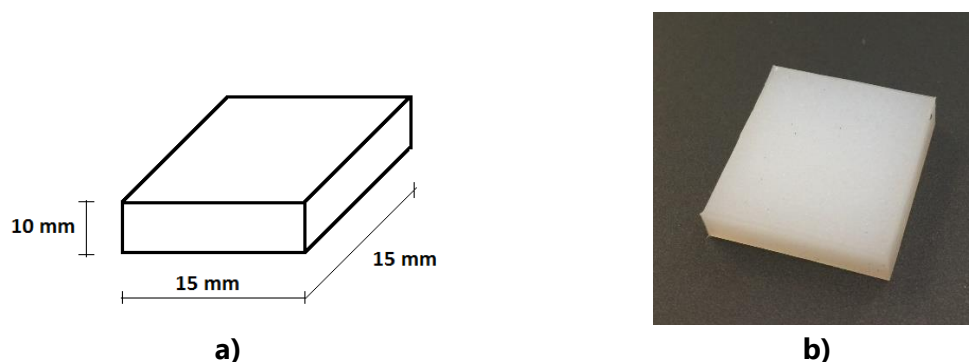


Figura 3.1 a) Dimensiones iniciales de la pieza. b) Pieza después del corte.

Una vez que se maquinó la probeta, se preparó una de las caras que conforman la superficie, buscando que ésta fuera nominalmente plana y permitiera su medición. Pasando por dos etapas, una de lijado y otra de pulido, llevadas a cabo con el uso de una pulidora metalográfica marca *Buehler®* modelo *MetaServ 250*.

#### **Etapas 1: Lijado**

Luego del maquinado, se seleccionó la superficie con mejor acabado superficial, de una de las dos caras con mayor área en la probeta ( $15 \times 15 \text{ mm}$ ), la cual se distingue en la figura anterior; esto, para llevar a cabo el lijado.

Se utilizaron lijas de agua marca *Buehler®*, aumentando consecutivamente su número<sup>1</sup> y variando la velocidad angular del plato rotatorio en la pulidora, pasando de un número a otro cuando las líneas del acabado anterior desaparecieron, lo cual se garantizó al observar con un microscopio óptico (marca *Zeiss®* modelo *Axio imager 2*), uniformidad en la superficie al migrar de número de lija (Eaton & West, 2010).

<sup>1</sup> Número de granos de carburo de silicio por pulgada lineal.



*Figura 3.2* Fotografía de la superficie tomada en 20x con el microscopio óptico, en la cual se distingue homogeneidad en las líneas de lijado.

En la etapa de lijado se aplicó agua sobre las lijas (constantemente) con el fin de mantener el par de contacto lubricado y evitar el incremento de temperatura debido a la fricción que pudiera modificar la superficie o propiciar la incrustación de carburo de silicio (abrasivo de las lijas) en el polietileno.

Al cambiar de lija, se colocó la pieza para el siguiente lijado de tal manera que las líneas de rayado se encontraran paralelas a una de las aristas de la pieza, por lo tanto, al cambiar de hoja, la pieza se rotó 90°, facilitando la eliminación de las líneas previas y la identificación de sus direcciones al observar la muestra en el microscopio óptico, sin algún rastro de líneas perpendiculares a las actuales (figura 3.2).

A continuación, se muestra la secuencia de lijas con la cual se trabajó:

*Tabla 3.1 Secuencia de lijado: orden, número y velocidad*

| Orden | Número | Velocidad angular aproximada (rpm) |
|-------|--------|------------------------------------|
| 1     | 220    | 160                                |
| 2     | 360    | 150                                |
| 3     | 600    | 150                                |
| 4     | 1000   | 140                                |
| 5     | 1200   | 140                                |
| 6     | 1500   | 130                                |
| 7     | 2500   | 130                                |

## **Etapla 2: Pulido**

Se pulió la superficie con un paño, suspensión de diamante y lubricante, colocando la pieza de forma que las líneas de lijado se encontraran perpendiculares a las que se marcaron con el paño, siguiendo la misma lógica que en la secuencia de lijas (tabla 3.2).

Al inicio del pulido se enjuagó el paño con agua y se roció lubricante sobre toda la superficie, rociando una o dos veces suspensión de diamante sobre la sección del paño donde se mantuvo fija la pieza, aproximadamente cada 10 min, hasta conseguir eliminar las líneas anteriores. Fue necesario aplicar lubricante al sentir que la fricción entre el paño y la pieza aumentaba, de tal manera que el paño permaneció húmedo en todo momento. La suspensión de diamante cristaliza rápidamente por lo que la falta de lubricación o su aplicación en exceso sobre el paño puede estropear la superficie tratada. Durante los últimos 30 segundos de pulido con cada suspensión, se lubricó con agua únicamente para limpiar la inter cara paño-muestra. La superficie preparada puede verse en la figura 3.3b.

Tabla 3.2 *Secuencia de pulido: orden, suspensión, lubricante, paño y velocidad aproximada*

| Orden | Suspensión               | Lubricante | Paño                   | Velocidad angular aproximada (rpm) |
|-------|--------------------------|------------|------------------------|------------------------------------|
| 1     | Diamante 3 $\mu\text{m}$ | Reflex Lub | Estándar               | 125                                |
| 2     | Diamante 1 $\mu\text{m}$ | Reflex Lub | Pulido 1 $\mu\text{m}$ | 125                                |



**a)**



**b)**

Figura 3.3 a) Material empleado durante el proceso de pulido. b) Fotografía de la superficie después de la etapa de pulido tomada con el microscopio óptico.

### 3.2 Metodología para la determinación del coeficiente de fricción

Teniendo lista la probeta, para conocer la fricción de la superficie, se hicieron 30 barridos en el AFM montando dos puntas diferentes, para tener 15 barridos empleando un cantiléver triangular (figura 3.4a) y 15 empleando uno rectangular (figura 3.4b), esto con la finalidad de comparar los resultados entre ambos modelos. Las especificaciones para cada una de las puntas y su cantiléver correspondiente son:

Tabla 3.3 Especificaciones generales de la punta y el cantiléver triangular modelo SNL-10

| Punta                 |                         | Cantiléver                           |                           |
|-----------------------|-------------------------|--------------------------------------|---------------------------|
| Geometría:            | Rotada (Simétrica)      | Material:                            | Nitruro de Silicio        |
| Altura (h):           | 2.5 – 8.0 $\mu\text{m}$ | Geometría:                           | Triangular                |
| Ángulo frontal (FA):  | $15 \pm 2.5^\circ$      | Número de cantilevers:               | 4                         |
| Ángulo trasero (BA):  | $25 \pm 2.5^\circ$      | Espesor (Nom):                       | 0.6 $\mu\text{m}$         |
| Ángulo lateral (SA):  | $22.5 \pm 2.5^\circ$    | Espesor (RNG):                       | 0.55 – 0.65 $\mu\text{m}$ |
| Radio (Nom):          | 2 nm                    | Recubrimiento de la parte posterior: | Oro reflectivo            |
| Radio (Max):          | 12 nm                   | Capa superior:                       | $40 \pm 10$ nm of Al      |
| Retroceso (TSB)(Nom): | 4 $\mu\text{m}$         | Longitud (Nom):                      | 120 $\mu\text{m}$         |
| Retroceso (TSB)(RNG): | 0 – 7 $\mu\text{m}$     | Ancho (Nom):                         | 20 $\mu\text{m}$          |

Tomado de Bruker Nano Inc., 2018.

Tabla 3.4 Especificaciones generales de la punta y el cantiléver rectangular modelo MPP-31120-10

| Punta                 |                    | Cantiléver                           |                                                           |
|-----------------------|--------------------|--------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| Geometría:            | Rotada (Simétrica) | Material:                            | 0.01 – 0.025 $\Omega$ cm Silicio dopado con Antimonio (n) |
| Altura (h):           | 15 – 20 $\mu$ m    | Geometría:                           | Rectangular                                               |
| Ángulo frontal (FA):  | $15 \pm 2^\circ$   | Número de cantilevers:               | 1                                                         |
| Ángulo trasero (BA):  | $25 \pm 2^\circ$   | Espesor (Nom):                       | 3 $\mu$ m                                                 |
| Ángulo lateral (SA):  | $17.5 \pm 2^\circ$ | Espesor (RNG):                       | 2 – 4 $\mu$ m                                             |
| Radio (Nom):          | 8 nm               | Recubrimiento de la parte posterior: | Aluminio reflectivo                                       |
| Radio (Max):          | 12 nm              | Capa superior:                       | $40 \pm 10$ nm de Aluminio                                |
| Retroceso (TSB)(Nom): | 15 $\mu$ m         | Longitud (Nom):                      | 450 $\mu$ m                                               |
| Retroceso (TSB)(RNG): | 5 – 25 $\mu$ m     | Ancho (Nom):                         | 35 $\mu$ m                                                |

Tomado de Bruker Nano Inc., 2018.

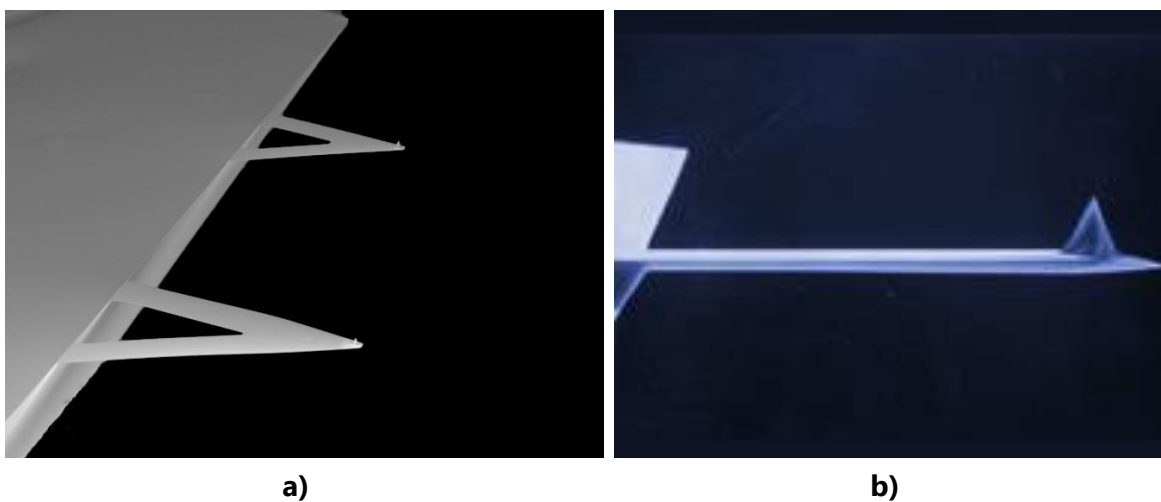


Figura 3.4 Imagen de la punta y el cantiléver. a) Modelo triangular SNL-10 y b) modelo rectangular MPP-31120-10. Tomado de Bruker Nano Inc., 2018.

Tabla 3.5 Rango de valores caracterizados por el fabricante

| Punta              | Constante normal (N/m) |      |      | Longitud ( $\mu\text{m}$ ) |      |      | Ancho ( $\mu\text{m}$ ) |      |      |
|--------------------|------------------------|------|------|----------------------------|------|------|-------------------------|------|------|
|                    | Nom.                   | Mín. | Máy. | Nom.                       | Mín. | Máy. | Nom.                    | Mín. | Máy. |
| <b>Triangular</b>  | 0.9                    | 0.45 | 1.8  | 450                        | 460  | 440  | 35                      | 30   | 40   |
| <b>Rectangular</b> | 0.24                   | 0.12 | 0.48 | 120                        | 115  | 125  | 20                      | 15   | 25   |

Tomado de Bruker Nano Inc., 2018

Para los barridos se han seleccionado dos regiones de  $100 \times 100 \mu\text{m}$  sobre la superficie de la muestra, dentro de las cuales se han tomado áreas de  $10 \times 10 \mu\text{m}$  de manera aleatoria, eligiendo 15 coordenadas distintas como referencia para cada uno de los escaneos, los cuales se realizaron midiendo 1024 puntos  $\times$  1024 líneas a una frecuencia de 0.5 Hz. Lo anterior, para trabajar con una mayor estabilidad del mecanismo considerando el mayor número de puntos, rotación nula, escala 1:1 y 2 V como referencia que es el valor usual en modo contacto como punto óptimo para asegurar que se toca la superficie. Las coordenadas, que indican el centro de las pequeñas regiones ( $10 \times 10 \mu\text{m}$ ), han sido empleadas para realizar la espectroscopia de fuerza, censando 1024 puntos que se incluyeron en el ajuste de datos, como medidas de deflexión y torsión correspondientes por cantiléver, a través de la diferencia de potencial aplicada (fuerza) y el desplazamiento (flexión) del cantiléver al aproximar la punta a la superficie.

Fue necesario seguir los siguientes pasos entre cada barrido, manipulando el microscopio directamente con las perillas del equipo e indirectamente desde un software llamado *NanoDrive®*, por medio del cual se controla la operación del equipo y se recibe la información transducida:

- i. Posicionar la punta lo suficientemente separada de la superficie para no dañarla, enfocar la muestra con el microscopio óptico integrado en el AFM y moverla para encontrar la zona de estudio deseada (figura 3.5a).  
Nota: Las perillas concéntricas del lado izquierdo son el enfoque grueso (grande) y fino (pequeña).
- ii. Localizar el cantiléver (asegurando no confundir su reflejo en la parte inferior para evitar fracturar la punta en los pasos posteriores) y bajar lentamente la punta con el motor hasta distinguir el contorno del cantiléver, en modo automático o manual.
- iii. Centrar el extremo del cantiléver (bajo el cual se halla la punta) en la referencia del microscopio óptico.  
Nota: las perillas en el cabezal que se encuentran del lado derecho controlan el láser, las del lado izquierdo el fotodetector y las laterales mueven la punta.

iv. Abrir la ventana de detección del láser dejándola fija, de igual forma, dos multímetros para la detección de señales (deflexión y lateral). Encontrar el voltaje máximo para contar con la desviación mínima del láser (figura 3.5b).

v. Ajustar el fotodetector de tal manera que en los multímetros se consiguieran voltajes menores a 0.06 [V] en las señales de deflexión y lateral (figura 3.5c).

Nota: Al no lograr la estabilidad del fotodetector es posible que la punta esté tocando la muestra, no esté correctamente sujeta o colocada, se tenga una elevada carga de contacto que dañe la punta, exista presencia de vibraciones con elevada amplitud y/o frecuencia, o exista alguna falla electrónica.

vi. Colocar la tapa y poner en contacto la punta con la superficie al emplear la función *Engage*. Una vez que esto sucede, automáticamente se despliega en la pantalla el control del escaneo.

Nota: En ocasiones se observó un reflejo sobre el cantiléver al ser este aproximado a la superficie, ello ocurre debido a que el sistema no es capaz de detectar la pieza a causa de la opacidad del material o por algún fenómeno particular entre el par, provocando que se flexione demasiado. Al momento de la oscilación constante o deflexión severa que es visible mediante el reflejo, se debe detener la operación oprimir nuevamente el botón *Engage*, separar la punta y repetir el procedimiento.

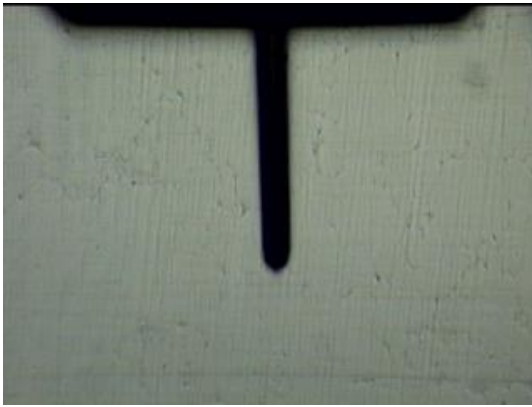
Si el reflejo continúa al efectuar la operación nuevamente, debe emplearse la herramienta *Engage* en modo manual de tal forma que la velocidad de aproximación sea manipulada y el sistema lleve a cabo exitosamente el acercamiento entre la punta y la superficie, asegurando que la punta sea detectada.

vii. Seleccionar un rango de análisis con dimensión de  $100 \times 100 \mu m$ .

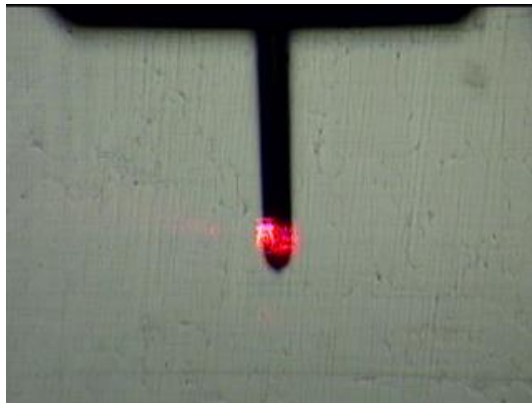
viii. Introducir, barrido por barrido, las coordenadas de las áreas distribuidas sobre la superficie a escanear, hasta completar los 15 ensayos con cada herramienta, como offset  $x$  o  $y$  (rango de  $10 \times 10 \mu m$ ) (figura 3.5d).

ix. Ejecutar el barrido (figura 3.5e).

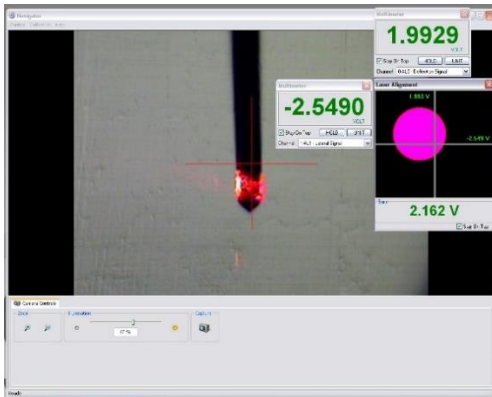
Nota: Para que se grabe la información se activa la cámara y se selecciona una carpeta para mantener orden en los archivos.



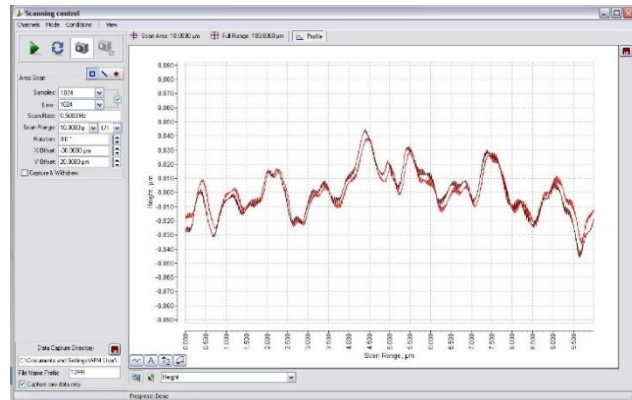
**a) Búsqueda de la zona a analizar.**



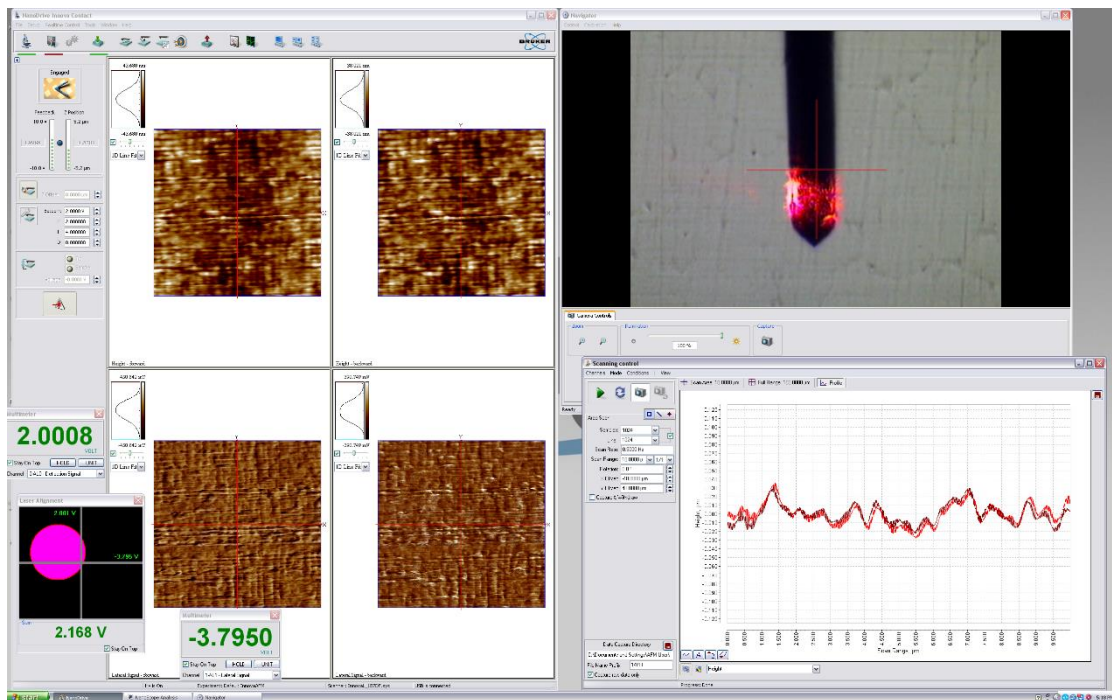
**b) Localización del láser.**



**c) Ajuste de fotodetector y láser.**



**d) Acercamiento y control de parámetros.**



**e) Escaneo de la superficie.**

*Figura 3.5 Imágenes del procedimiento que se lleva a cabo en el AFM.*

En el caso de la espectroscopia de fuerza los pasos i-vii se repitieron, posteriormente:

viii.a Abrir la ventana de espectroscopia en un punto y en paralelo, el posicionamiento de puntos. Vincular los datos entre ventanas, asegurando el máximo rango de análisis para obtener todas las curvas.

ix.a Agregar todos los puntos en el posicionamiento para el trazado de las curvas y obtener resultados similares a los mostrados debajo, en la figura 3.6.

Nota: En la ventana de espectroscopia de punto, cuando ésta se realiza para varios puntos, sólo es posible seleccionar una de las dos curvas deseadas, por lo que se han obtenido ambas por separado (señal de deflexión y lateral).

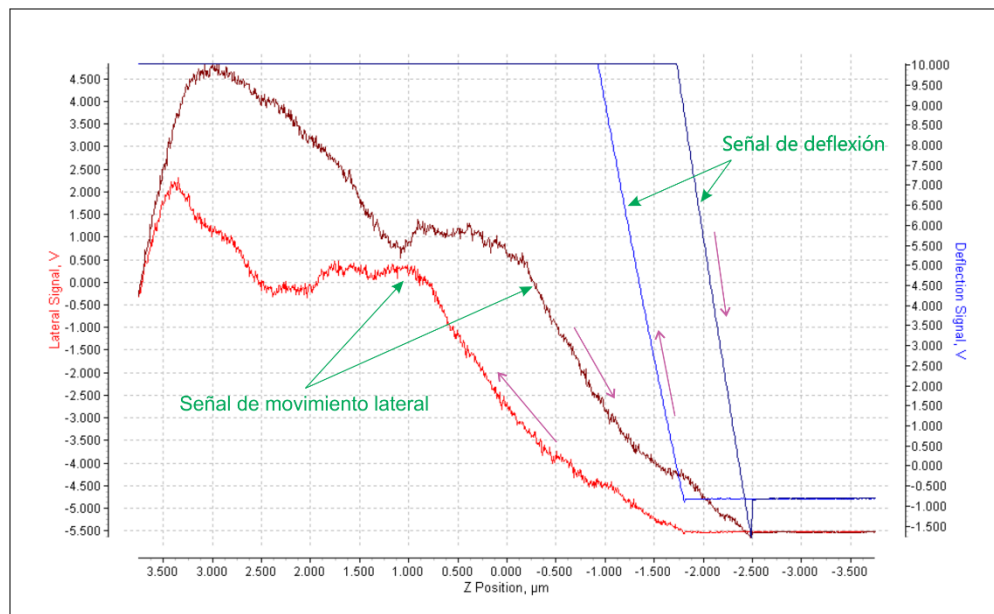


Figura 3.6 Espectroscopia en NanoDrive®, señales de deflexión y lateral.

### 3.2.1 Cálculo del coeficiente de fricción

Luego de la obtención de los puntos censados en el AFM, se llevaron dichos datos a un proceso en el cual se determinaron dos coeficientes de fricción para el UHMWPE, empleando dos tipos de cantiléver con diferente geometría en cada uno de ellos; como sigue:

La fuerza lateral está dada por el producto de un coeficiente multiplicado por la suma de la fuerza normal aplicada más la fuerza normal en la interacción del par de contacto entre la punta y el material en estudio.

$$F_L = \mu (F_N + F_N^{int}) \quad \dots 3.1$$

El coeficiente  $\mu$ , considera la fricción entre las fuerzas intermoleculares  $F_N^{int}$  (que dependen de cada uno de los materiales) y las fuerzas en la superficie del cuerpo  $F_N$ .

Las fuerzas intermoleculares son mucho menores comparadas con la fuerza normal aplicada<sup>2</sup>, por lo que se ha despreciado dicho valor (Williams, 2005).

$$F_N \gg F_N^{int}$$

Entonces, tomando en cuenta lo anterior para 3.1 y despejando  $\mu$ , se tiene el coeficiente de fricción del material:

$$\mu = \frac{F_L}{F_N} \quad \dots 3.2$$

Considerando que, para determinar la fuerza lateral  $F_L$ , es necesario incluir la constante que define la torsión del cantiléver  $k_L$  y la distancia  $\Delta x$  que recorre la punta durante el barrido, es decir

$$F_L = k_L \Delta x \quad \dots 3.3$$

Y que, para el caso de la fuerza normal  $F_N$ , se obtiene la constante de resorte en la dirección normal  $k_N$ , evaluada en la altura censada  $\Delta z$ .

$$F_N = k_N \Delta z \quad \dots 3.4$$

Entonces, con la sustitución de 3.3 y 3.4 en la ecuación 3.2, el coeficiente de fricción se define como:

$$\mu = \frac{k_L}{k_N} \left( \frac{\Delta x}{\Delta z} \right) \quad \dots 3.5$$

---

<sup>2</sup> Cabe mencionar que esta consideración es aplicable a la escala de análisis de esta tesis, ya que para escalas menores las fuerzas intermoleculares tienen un impacto relevante sobre el comportamiento.

Para cada una de las puntas empleadas en el AFM, se obtuvieron datos de altura y de desplazamiento lateral, se consideraron las características geométricas por cantiléver (sección 3.2), las propiedades de los materiales empleados para su fabricación y además la espectroscopia de fuerza usada para la calibración de los datos de desplazamiento.

El desplazamiento lateral, cuya unidad de medición nativa (entendiendo como nativa, aquella que se obtuvo de la señal captada directamente en el AFM) es el Volt (V), considera las diferencias de potencial captadas a lo largo del movimiento de la punta hacia delante  $\Delta x_{FWR}$  y hacia atrás  $\Delta x_{BWR}$  en el escaneo ( $1024 \text{ puntos} \times 1024 \text{ líneas}$ ) sobre el área analizada ( $10 \times 10 \mu m$ ); entonces se toma la media aritmética entre estos datos, es decir

$$\Delta x = \frac{\langle \Delta x_{FWR} \rangle + \langle \Delta x_{BWR} \rangle}{2} \quad \dots 3.6$$

La constante  $k_L$  se calcula al sustituir valores de las características geométricas y de los materiales en cada modelo de cantiléver cuyas unidades son  $\frac{N}{m}$  y se considera la distancia recorrida con la aplicación de voltaje real sobre cada cantiléver durante el estudio, obtenida a partir de la pendiente de la curva de acercamiento  $m_{Lat}$  o distancia que recorre la punta hacia la superficie en la espectroscopia de fuerza (correspondiente a la señal lateral), sus unidades como consecuencia son  $\frac{V}{\mu m}$ .

Haciendo un análisis de unidades para la fuerza lateral y empleando el recíproco de la pendiente,

$$[F_L]_u = N = \left(\frac{N}{m}\right) \left(\frac{\mu m}{V}\right) (V) (10^6)$$

Resulta la expresión de la fuerza lateral como:

$$\langle F_L \rangle = k_L (m_{Lat}) \Delta x \quad \dots 3.7$$

En cambio, en el caso de la fuerza normal ( $F_N$ ), se utilizan los datos del registro de alturas hacia abajo ( $\Delta z_{FWR}$ ) y hacia arriba ( $\Delta z_{BWR}$ ) en Volt, cuya media aritmética se calcula de la siguiente manera

$$\Delta z = \frac{\langle \Delta z_{FWR} \rangle + \langle \Delta z_{BWR} \rangle}{2} \quad \dots 3.8$$

Además de los desplazamientos verticales o alturas, se considera el modelo matemático que define la constante normal del cantiléver en  $\frac{N}{m}$ , que se resuelve al sustituir el valor de las características geométricas, las propiedades del material con que fue fabricado y la pendiente, que representa la deflexión del cantiléver obtenida en el ensayo de espectroscopia de fuerza para la señal de deflexión  $[m_{Def}]_u = \frac{\mu m}{V}$ , por lo tanto el análisis dimensional resulta

$$[F_N]_u = N = \left(\frac{N}{m}\right) \left(\frac{V}{\mu m}\right) (V) (1 \times 10^{-6})$$

Y la expresión matemática para la fuerza normal:

$$\langle F_N \rangle = k_N (m_{Def}) (\Delta z) \quad \dots 3.9$$

Sustituyendo 3.7 y 3.9 en 3.5,

$$\mu = \frac{k_L (m_{Lat}) (\Delta x)}{k_N (m_{Def}) (\Delta z)} \quad \dots 3.10$$

La fuerza normal también puede ser calculada empleando el valor nominal de la constante normal del cantiléver  $k_N'$  indicada en las especificaciones del fabricante en  $\frac{N}{m}$  y los desplazamientos en términos de distancia (alturas,  $\Delta z$ ) en  $nm$ , en lugar del valor nativo de las mediciones. Este resultado se compara con el anterior más adelante.

Si

$$\Delta z = \frac{\langle \Delta z_{FWR} \rangle + \langle \Delta z_{BWR} \rangle}{2} \quad \dots 3.11$$

Con el valor patrón de  $k_N$  el análisis queda:

$$[F_N]_u = N = \left(\frac{N}{m}\right) (nm) (1 \times 10^{-9})$$

Y

$$\langle F_N \rangle = k_N' (\Delta z) \quad \dots 3.12$$

Por lo que reemplazando 3.12 en 3.10, el coeficiente de fricción es

$$\mu' = \frac{k_L (m_{Lat}) (\Delta x)}{k_N' (\Delta z)} \quad \dots 3.13$$

Al final de este análisis para cada una de las puntas y sus quince ensayos correspondientes, se obtuvo un total de 30 coeficientes de fricción respectivos (15 con datos del modelo matemático y 15 empleando el valor patrón de  $k_N$ ) y se obtuvo la media aritmética de estos. Lo anterior se desarrolló y demostró con el uso de Wolfram Mathematica®. Ejemplo de las operaciones realizadas se encuentra en el Anexo al final de este trabajo.

Todos los datos medidos por el AFM se exportaron para manipularse como archivos de texto (TXT), por medio de un *software* llamado NanoScope Analysis® en el cual se definieron las unidades deseadas, se optimizaron datos en una hoja de cálculo, se importaron como texto y exportaron como archivos separados por comas (CSV).

Para llevar a cabo las operaciones entre los datos experimentales de las señales de deflexión (laterales y de alturas), inicialmente se niveló cada uno de los perfiles a través de modelos por regresión lineal que redujeron la desviación de estos, tomando líneas rectas como referencia. Esto se hizo para disminuir errores de cálculo provocados por la posible inclinación de la superficie después de su preparación (lijado y pulido).

Posteriormente, se agruparon en seis tablas diferentes para clasificarlos como señales de altura (ida y regreso), por unidades (nativas y no nativas), así como datos de señal lateral medidos (ida y vuelta).

Se resolvieron también los modelos teóricos para cada punta, sustituyendo en sus respectivas expresiones matemáticas el valor de sus características geométricas y de las propiedades de los materiales con que éstas fueron fabricadas. Algunas propiedades también se emplearon para encontrar módulos de elasticidad.

Para los datos de espectroscopía de fuerza (señales laterales y deflexión), los datos fueron acotados eliminando el ruido de las curvas, producido por la inestabilidad de cada punta durante su acercamiento a la superficie y además se ajustaron a cero, esto último porque la referencia de los mismos en la medición, se encontró desplazada a partir de un valor definido en el equipo (figura 3.7). Con esta simplificación de los datos, se tomó un determinado número de puntos en cada curva, que permitió la obtención de la pendiente requerida para la calibración de datos de fricción y el conocimiento de la carga real aplicada sobre cada punta en dicho acercamiento. También los datos de espectroscopía se agruparon en tablas para ordenarlos por clasificación y ensayo.

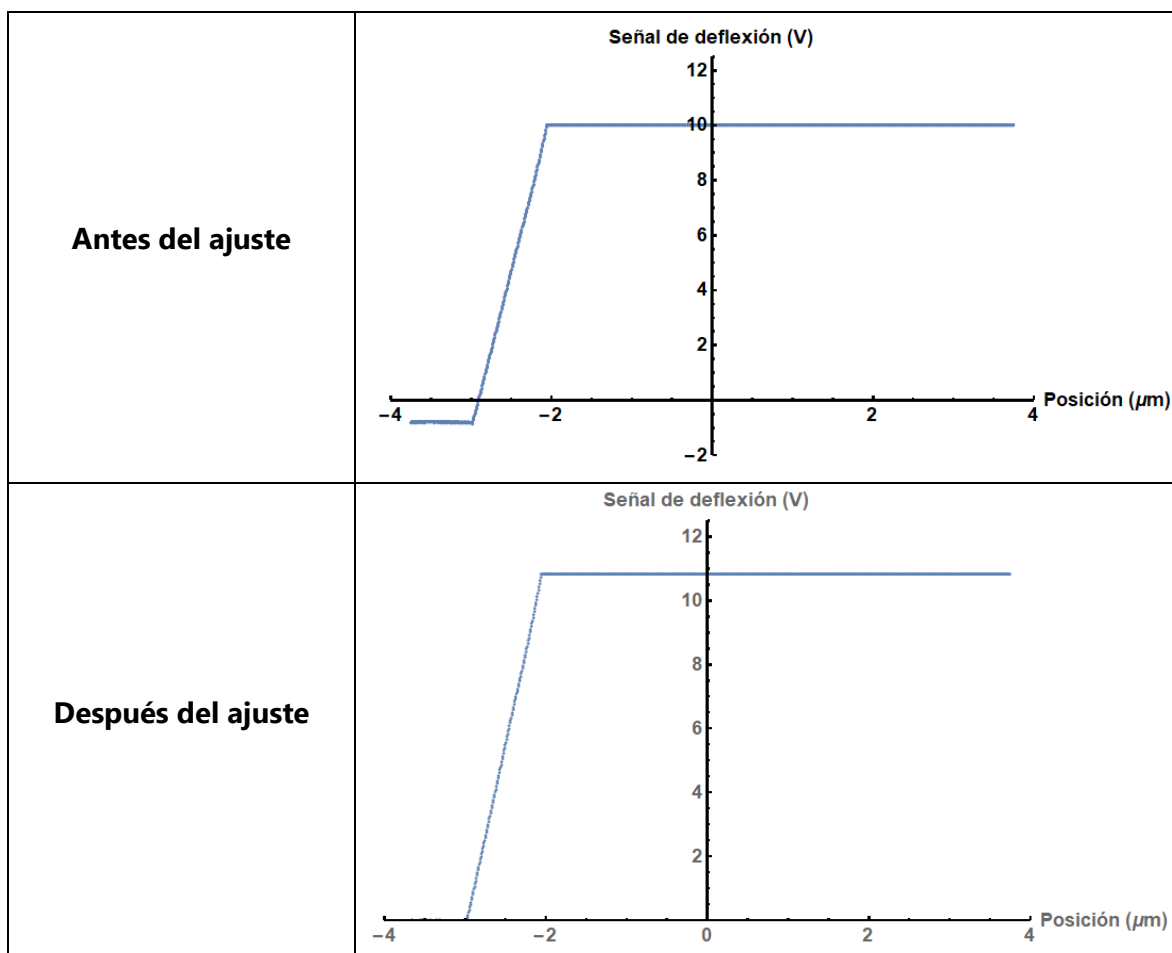


Figura 3.7 Corrección de datos de espectroscopía de fuerza para la deflexión lateral de la punta rectangular en uno de los ensayos.

Finalmente, se utilizaron los datos de cada ensayo para conocer la fuerza lateral y normal promedio y se obtuvieron los coeficientes de fricción. Adicional a ello, se graficaron algunas curvas y calcularon datos estadísticos que facilitaron tanto la explicación de esta sección como el análisis de resultados plasmado en el siguiente capítulo.

### 3.3 Metodología para la determinación de rugosidad

Con empleo del módulo Micro, se llevó a cabo un escaneó de la superficie, en el cual fue necesario hacer un ajuste a baja frecuencia para lograr medir el reflejo del haz de luz sobre el UHMWPE, por ser éste un material opaco. Por medio de los servomotores, se posicionó la pieza bajo el microscopio óptico adaptado originalmente al equipo y se ubicó la región de análisis en la muestra.

El módulo está calibrado para trabajar en un rango de intensidad entre 5 y 95 %; la medición se realizó con un 30% de intensidad sobre una región de  $1.2 \text{ mm}^2$ . La pluma, ajustada en este caso para censar datos puntuales, operó con una frecuencia de 300 Hz, considerando un promedio de 1000 mediciones, ya que a mayor frecuencia, se alcanza mayor intensidad.

Después del escaneo, dichos datos se llevaron a un *software* llamado MountainsMap® para su análisis. Dentro de esta herramienta, la pieza se recortó hasta un área de  $1 \text{ mm}^2$  y se niveló (figura 3.8), persiguiendo la idea de la sección 3.2.1, pero esta vez tomando como referencia tres puntos aleatorios, para con estos conformar un plano; entonces se obtuvieron, tanto parámetros de rugosidad como curvas de distribución resultantes.

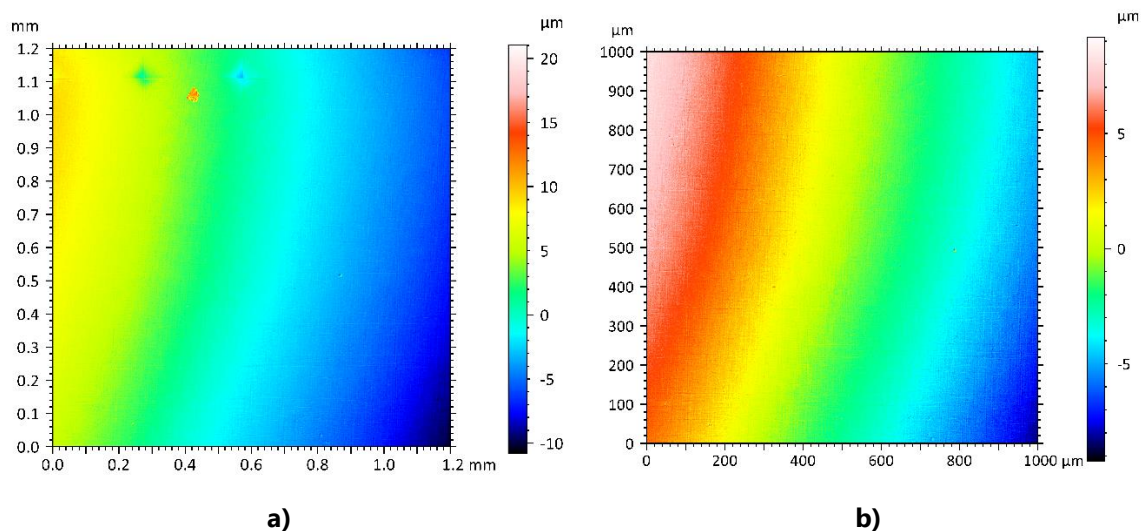


Figura 3.8 a) Escaneo obtenido mediante el módulo Micro. b) Recorte de la región medida.

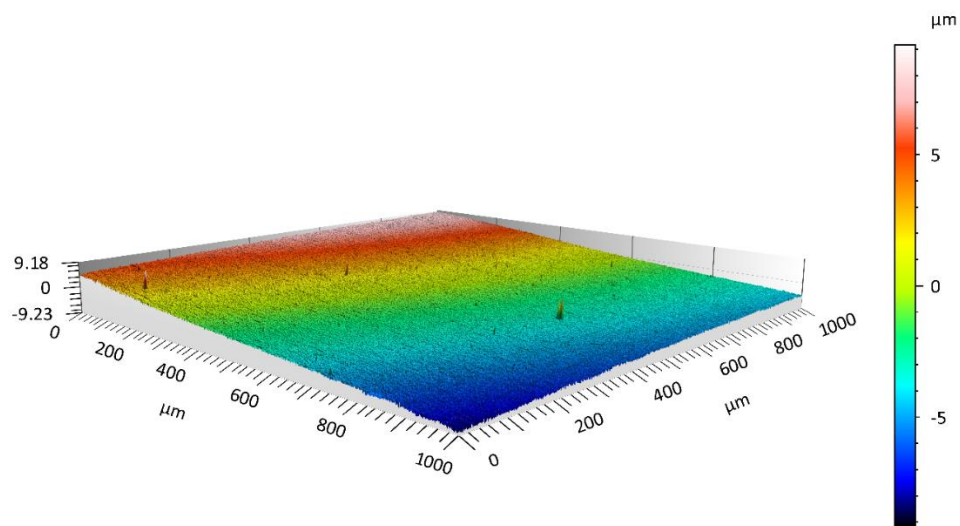


Figura 3.9 Vista tridimensional del recorte de  $1 \text{ mm}^2$  sobre la región medida en el rugosímetro óptico. Imagen previa a la nivelación por tres puntos, ajuste a un plano.

### 3.4 Metodología para la determinación de dureza

Las mediciones de dureza también se hicieron en el módulo Micro, para este caso se empleó un indentador Vickers de diamante con una carga aplicada de 0.5 N.

La frecuencia se ajustó a 1000 Hz con 150 mediciones para disminuir el ruido y obtener curvas más confiables. Se hicieron 20 indentaciones manteniendo la carga máxima durante 1s, esto para disminuir la influencia de un proceso visco-plástico y mantener la estabilidad del sistema al retirar la carga. Las indentaciones consecutivas conservaron una separación de 200  $\mu\text{m}$  entre ellas.

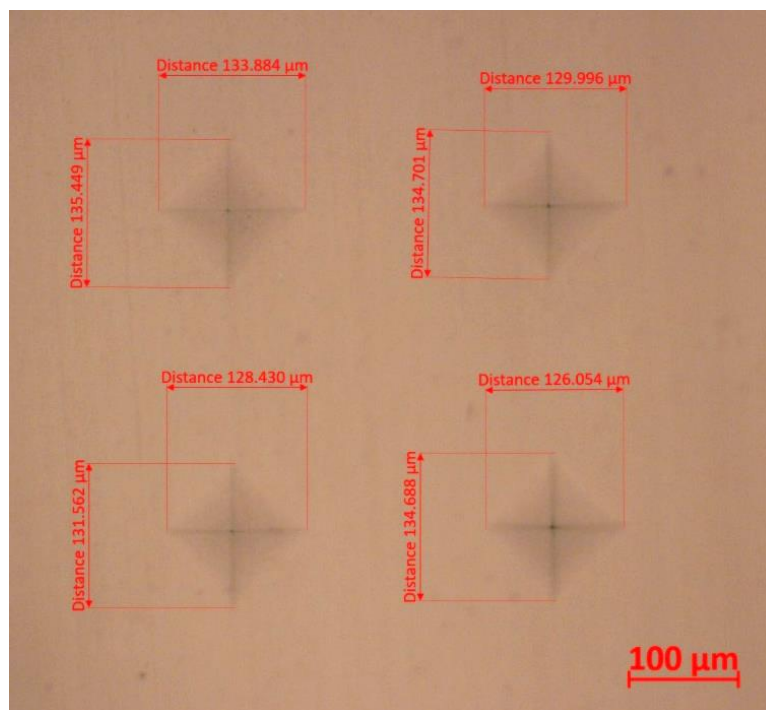


Figura 3.10 Ejemplo de las mediciones en Zen® para cuatro de las indentaciones.

Al finalizar las indentaciones, la probeta se colocó en el microscopio óptico marca Zeiss® modelo Axio imager 2 conectado a una computadora donde a partir del software Zen® se midieron las diagonales principales de cada uno de los ensayos, con lo que fue posible contar con los datos necesarios para la obtención del número de dureza Vickers (VHN).

Se aplicó entonces la expresión matemática 1.7, se obtuvo la media aritmética de los veinte resultados y su desviación estándar.

## Superficies en prótesis

Las características generales con las que debe cumplir la superficie de una prótesis son: un coeficiente de fricción bajo (similar al del elemento que está substituyendo), una baja tasa de desgaste, ser biológicamente inerte, contar con una dureza elevada, alta resistencia al desgaste de tres cuerpos y permitir una lubricación adecuada en fluidos.

Los requerimientos superficiales específicos con los que un polímero debe cumplir para ser aceptado en la fabricación de las prótesis se encuentran establecidos en diferentes normas ASTM, clasificadas de acuerdo con la parte del cuerpo que reemplazarán, por ejemplo, la norma ASTM F2033 trata de las especificaciones superficiales estándar para prótesis de cadera construidas con materiales metálicos, poliméricos y cerámicos (Anon., 2018).

Existe variación entre los coeficientes de fricción reportados en la literatura para este tipo de aplicaciones tanto desde el punto de vista ingenieril como del área biomédica; la libertad de movimiento, los elementos de atenuación de impacto, la geometría, así como los fluidos que envuelven a los elementos, destacan la complejidad de la interacción entre las diferentes partes del cuerpo humano.

Se describen tres estudios a continuación en los que se sometió a experimentación el UHMWPE, para tener idea de la magnitud de los coeficientes de fricción encontrados:

Se analizó la fricción de una pieza de UHMWPE en contacto con alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) durante un movimiento recíprocante en seco, con un rango de velocidad típico ( $4 - 12 \text{ mm/s}$ ) para implantes de cadera. Los ensayos se llevaron a cabo utilizando un Nanotribómetro con la configuración *ball-on-flat* en la cual, la alúmina fue utilizada como esfera o bola de diámetro 1.5 mm y el polímero como superficie plana. La duración del ensayo fue de 3000 ciclos ( $1 \text{ ciclo}/1.6 \text{ mm}$ ), tiempo suficiente para alcanzar un estado estable del coeficiente de fricción, manejando una carga de 100 a 1000 mN. Este estudio permitió exhibir un bajo coeficiente de fricción dinámico, con un valor promedio de 0.1 en todos los ensayos, así como una influencia poco significativa durante el cambio en la velocidad de análisis (Zivic, 2014).

Se investigó la nanotribología de un par CoCr-UHMWPE (fabricado por compresión directa) a través de un microscopio de fuerza atómica, empleando una punta en forma de V (triangular, de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , con una constante de resorte normal de  $0.028 \pm 0.003 \text{ N/m}$ ), haciendo a esta recorrer una línea de  $1 \mu\text{m}$  sobre la superficie aplicando un rango de carga de 1 a 11 nN. En este estudio el coeficiente de fricción dinámico en la interfaz resultó igual a  $0.22 \pm 0.01$  (Sunita, 2002).

Por último, se midió el coeficiente de fricción dinámico de una resina GUR 1050 (UHMWPE grado prótesis) en un microtribómetro mediante ensayos *ball-on-flat* con una bola esférica de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , un incremento de carga de 0 a 200 mN y una velocidad de 1mm/s, con el fin de relacionar la cristalinidad con el desgaste provocado, teniendo una probeta de alta cristalinidad HC-PE y otra de baja cristalinidad LC-PE. Se midió también la dureza a una escala nanométrica empleando un triboscopio y la rugosidad con un AFM. En este estudio se demostró que un alto grado de cristalinidad disminuye el coeficiente de fricción y aumenta la dureza del material. Además de que la dureza decrece a medida que la penetración del indentador disminuye y la fuerza de fricción aumenta con un incremento en la fuerza normal (Kanaga, 2008).

Tabla 3.6 *Propiedades mecánicas obtenidas de probetas con diferente cristalinidad*

| <b>Probeta</b> | <b>Cristalinidad (%)</b> | <b>RMS rugosidad superficial</b> | <b>Coeficiente de fricción (sin desgaste)</b> | <b>Dureza (GPa)</b> |
|----------------|--------------------------|----------------------------------|-----------------------------------------------|---------------------|
| <b>HC-PE</b>   | 55.1                     | 4.58±0.18                        | 0.28±0.02                                     | 0.025±0.03          |
| <b>LC-PE</b>   | 45.6                     | 3.18±0.18                        | 0.39±0.02                                     | 0.14±0.004          |

Con estos tres estudios es posible notar que el orden de magnitud es el mismo, pero los valores del coeficiente de fricción son diferentes, esto depende del par de contacto que se analiza, los tratamientos aplicados al material, el equipo empleado para la medición, entre otras cosas.

## Capítulo 4 Análisis de resultados

### 4.1 Determinación del coeficiente de fricción

A continuación, se muestra una tabla que contiene características geométricas y propiedades mecánicas consideradas para el cálculo de los coeficientes de fricción por cada una de las puntas empleadas.

Tabla 4.1 *Características geométricas y propiedades mecánicas*

| Propiedad                                      | Rectangular | Triangular |
|------------------------------------------------|-------------|------------|
| Espesor del cantiléver ( $\mu\text{m}$ )       | 3           | 0.6        |
| Ancho del cantiléver ( $\mu\text{m}$ )         | 35          | 20         |
| Posición de la punta TSB ( $\mu\text{m}$ )     | 15          | 4          |
| Longitud del cantiléver ( $\mu\text{m}$ )      | 435         | 120        |
| Altura de la punta ( $\mu\text{m}$ )           | 17.5        | 5.25       |
| Constante de resorte normal (fabricante) (N/m) | 0.9         | 0.24       |
| Constante de resorte normal (artículo) (N/m)   | 0.32        | 0.16       |
| Constante de resorte lateral (N/m)             | 103.82      | 69.19      |
| Módulo de Young (GPa)                          | 112.4       | 304        |
| Módulo de rigidez a corte (Gpa)                | 43.91       | 122.58     |
| Relación de Poisson                            | 0.28        | 0.24       |

Considerando dichos datos y aquellos recabados del escaneo de la superficie, se obtuvieron 60 coeficientes de fricción de los cuales 10 se descartaron para cada punta, quedando 40 por analizar. En la siguiente tabla se muestran los coeficientes de fricción promedio resultantes:

Tabla 4.2 *Coeficientes de fricción calculados, valor promedio para cada punta y desviación estándar*

| Geometría                  | Rectangular                    |                              | Triangular                     |                              |
|----------------------------|--------------------------------|------------------------------|--------------------------------|------------------------------|
| Ensayo                     | Valores nominales (fabricante) | Modelo matemático (artículo) | Valores nominales (fabricante) | Modelo matemático (artículo) |
| 1                          | 0.11                           | 0.017                        | 0.075                          | 0.014                        |
| 2                          | 0.093                          | 0.015                        | 0.12                           | 0.018                        |
| 3                          | 0.077                          | 0.013                        | 0.17                           | 0.022                        |
| 4                          | 0.053                          | 0.012                        | 0.086                          | 0.013                        |
| 5                          | 0.12                           | 0.024                        | 0.31                           | 0.040                        |
| 6                          | 0.098                          | 0.021                        | 0.32                           | 0.052                        |
| 7                          | 0.088                          | 0.013                        | 0.12                           | 0.019                        |
| 8                          | 0.1                            | 0.023                        | 0.17                           | 0.038                        |
| 9                          | 0.25                           | 0.038                        | 0.08                           | 0.015                        |
| 10                         | 0.13                           | 0.025                        | 0.11                           | 0.015                        |
| <b>Promedio</b>            | 0.11                           | 0.02                         | 0.16                           | 0.025                        |
| <b>Desviación estándar</b> | 0.053                          | 0.008                        | 0.092                          | 0.014                        |

Como se observa en la tabla 4.2, el coeficiente de fricción dinámico para la punta rectangular es menor que para la punta triangular en ambos casos. Al emplear los datos nominales de caracterización de la punta que otorga el fabricante, se tiene un promedio de 0.11 con una desviación estándar de 0.053, frente a un coeficiente de 0.16 con una desviación estándar de 0.092 para la punta triangular. Al emplear los modelos matemáticos de caracterización de las puntas, se tiene un promedio de 0.02 con una desviación estándar de 0.008, contra un coeficiente de 0.025 con una desviación estándar de 0.014 para la punta triangular.

Cabe destacar que cada punta cuenta con valores mínimos, máximos y nominales otorgados por el fabricante; se ha considerado el valor nominal en los cálculos (tabla 4.1), el cual se encuentra entre los dos extremos, lo que significa que la variación puede ser significativa en los resultados si la punta con la que se trabaja no es caracterizada. Por ejemplo, para la punta rectangular, el valor mínimo para la constante normal según el fabricante es 0.12, el máximo 0.48 y el nominal 0.24.

Para cada una de las puntas (triangular y rectangular), el comportamiento mecánico es diferente, esto está relacionado con la geometría y el material con el que se fabricaron. Se destaca este detalle ya que al analizar las expresiones matemáticas para el coeficiente de fricción (3.10 y 3.13), la constante es un factor que multiplica el valor de los puntos censados.

Los resultados que se obtienen para un modelo matemático, representan el comportamiento ideal que una punta debería tener. Si observamos dichos resultados, el coeficiente de fricción se encuentra dentro del orden de magnitud del valor reportado en la hoja de especificaciones del material de este escrito, UHMWPE Tivar@1000 (tabla 1.3), que es 0.12. Sin embargo, se desconoce el modo en que éste fue obtenido y el par de contacto con que fue ensayado, esto último es importante para contar con datos de la fuerza de oposición que ejerce una superficie sobre otra.

Además de lo mencionado, otro de los factores que influye directamente en los cálculos de fuerzas normales y tangenciales es el empleo de datos de calibración a partir del ensayo de espectroscopia de fuerza, que se lleva a cabo en uno de los puntos de las regiones medidas y cuyo ajuste provoca que los modelos matemáticos de éstas curvas se alteren, de haber tenido 1024 puntos de un ensayo de espectroscopía de fuerza se consideran 20, porque se define a partir de un rango en el que sea válido ajustar, a un modelo de una regresión lineal.

El comportamiento de la deflexión obtenido durante los ensayos de espectroscopía de fuerza, se plasma debajo:

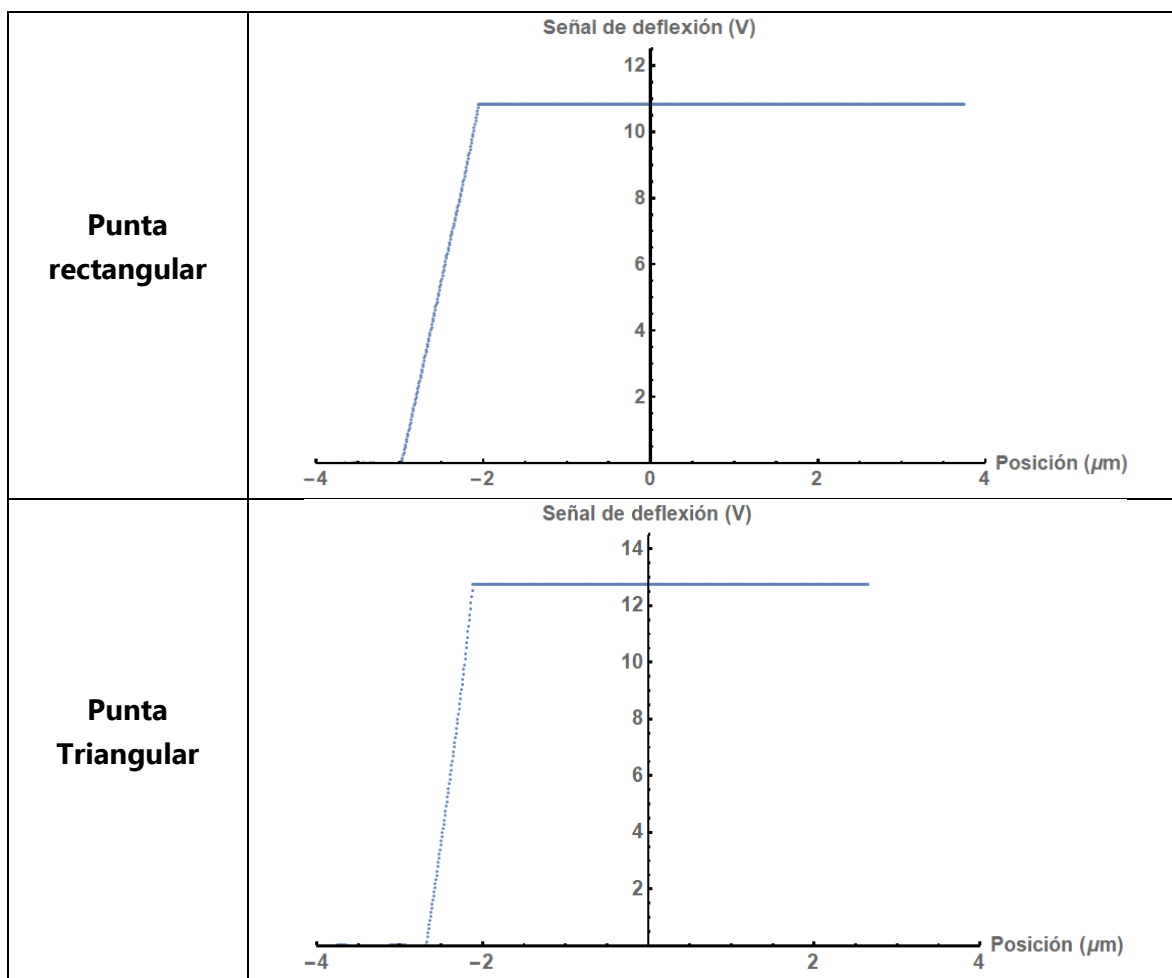


Figura 4.1 Espectroscopía de fuerza: señal de deflexión.

En los ensayos de espectroscopía de fuerza la punta se aproxima a la superficie con un voltaje definido previamente y un rango de desplazamiento en z, por lo que la deflexión de éste dependerá de cómo se comporte el cantiléver provocando en él una diferencia de potencial previamente definida (set point), normal a la superficie.

El valor de voltaje máximo admitido por el AFM es  $\pm 10$  V, sin embargo, las curvas se muestran por encima de éste porque previamente fue aplicado un ajuste a cero para el manejo de los datos. Sin embargo, no debe perderse de vista que este tipo de curvas, demuestran el comportamiento que presenta una punta al acercarse a la superficie, otorgando una medida del error que debe ser considerado durante el barrido.

Se obtuvo entonces la carga aplicada  $C_a$  en cada punta, resultado de la espectroscopía de fuerza; para esto se tomó en cuenta la diferencia de potencial presente en dicha deflexión  $fc$ , el valor de la constante normal  $K_N$  y la pendiente  $m$  de una curva de aproximación que define la deformación del cantiléver, es decir:

$$C_a = (m)K_N(fc) \quad \dots 4.1$$

El valor de voltaje aplicado durante la espectroscopía que se mantuvo como referencia para ambos ensayos fue 1.88 V.

Tabla 4.3 *Carga aplicada en dirección normal*

| <b>Punta</b>                               | <b>Rectangular</b>          |                           | <b>Triangular</b>           |                           |
|--------------------------------------------|-----------------------------|---------------------------|-----------------------------|---------------------------|
| <b>Ensayo</b>                              | Carga aplicada (fabricante) | Carga aplicada (artículo) | Carga aplicada (fabricante) | Carga aplicada (artículo) |
| <b>Promedio (<math>\mu\text{m}</math>)</b> | 0.14                        | 0.05                      | 0.021                       | 0.014                     |
| <b>Desviación estándar</b>                 | 0.024                       | 0.008                     | 0.004                       | 0.003                     |

El comportamiento mecánico del cantiléver depende del material, tanto del módulo de Young, que es la razón entre el esfuerzo y la deformación dentro del rango elástico, como de la Relación de Poisson, que describe la razón entre deformaciones transversales y longitudinales.

Teniendo esto en mente y considerando los datos de cada material, se comparan las propiedades mecánicas de la punta rectangular con la triangular, observando que se tiene un módulo de Young de 112.4 GPa para el  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , menor que 304 GPa para el caso de Si-Sb, lo cual indica que el segundo cantiléver admite mayor deformación que el primero. Es posible que esto se relacione con la dispersión de las mediciones durante el escaneo.

La pendiente promedio (tabla 4.4), que representa el desplazamiento de la punta, es casi el doble en el caso triangular, lo cual puede ser consecuencia de la rigidez del cantiléver rectangular.

Tabla 4.4 *Valores empleados en el cálculo de carga*

| <b>Dato</b>                   | <b>Rectangular</b> | <b>Triangular</b> |
|-------------------------------|--------------------|-------------------|
| Pendiente promedio            | 12.32              | 21.54             |
| Constante normal (fabricante) | 0.9                | 0.32              |
| Constante normal (artículo)   | 0.24               | 0.16              |

Continuando con el análisis del comportamiento de cada punta y considerando el modo en que el microscopio mide dichos resultados (subtema 2.2), se analizan las gráficas de desplazamiento lateral y normal obtenidas.

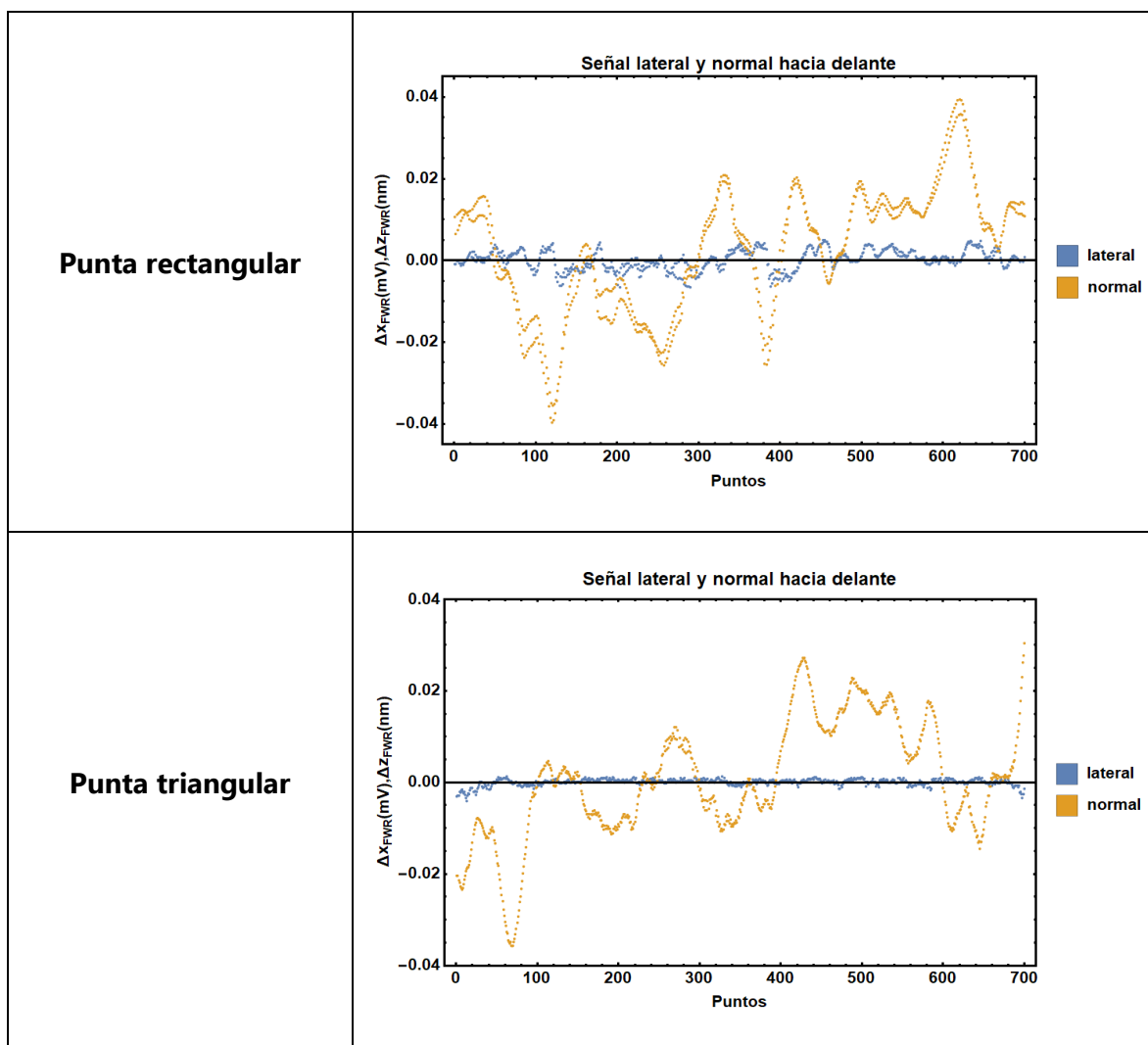
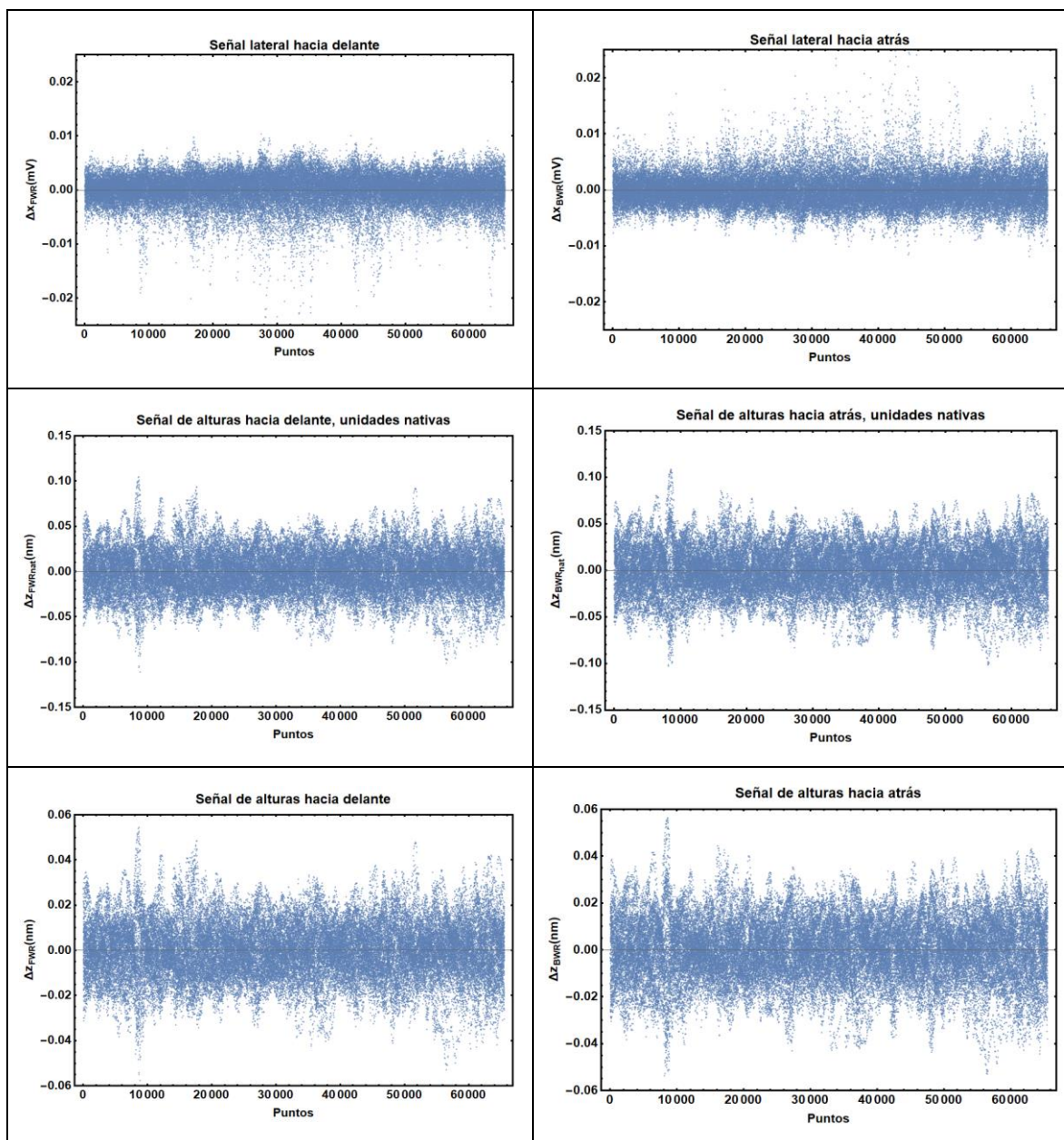


Figura 4.2 Se muestran las dos señales captadas en paralelo durante un ensayo. Señal lateral (azul) y señal de alturas (marrón), hacia delante.

Se observa que en la primera gráfica el movimiento de la punta está disperso y se presentan más discontinuidades a lo largo de ambas señales.

A continuación, se encuentra la representación de las 6 señales obtenidas para ambas puntas, rectangular y triangular, respectivamente.



*Figura 4.3* Comportamiento de la punta rectangular para señales laterales, alturas considerando unidades nativas y de altura, en ambos sentidos.

Los datos en las gráficas, son sólo una parte del total, esto se hizo para distinguir los puntos censados durante el análisis de resultados.

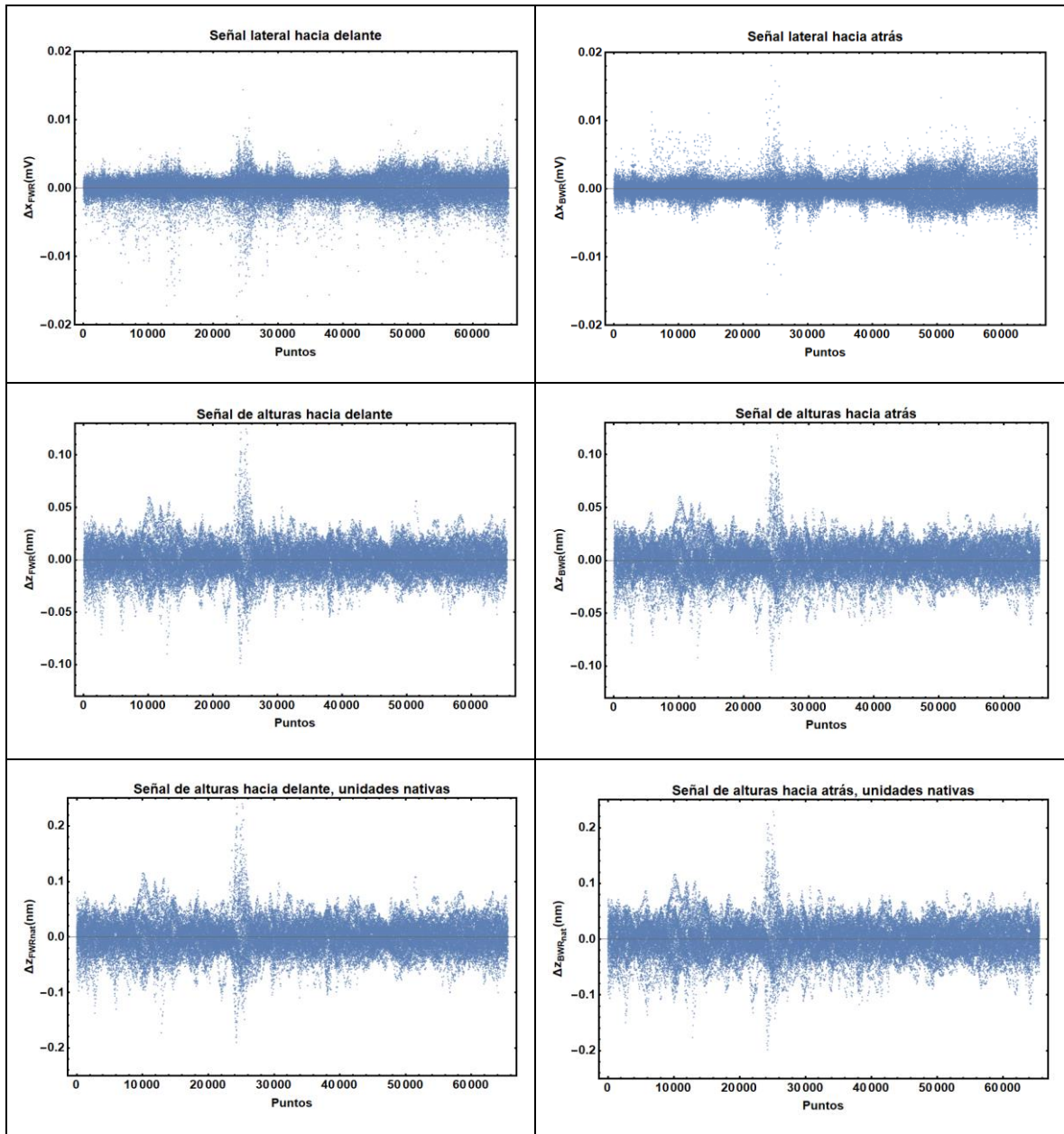


Figura 4.4 Comportamiento de la punta triangular para señales laterales, alturas considerando unidades nativas y de alturas, en ambos sentidos.

En la representación gráfica de las señales se muestra como hay una ligera diferencia entre la ida y el regreso de la punta durante su recorrido por la superficie, lo cual infiere que la construcción del mapa de la superficie es preciso ya que éste considera la interacción de la punta, con ambos lados de las asperezas presentes. La gráfica que mayor variación presenta entre ida y regreso es la señal lateral, se observa una como complemento de la otra, similar a un espejo, a partir de la línea media o voltaje cero.

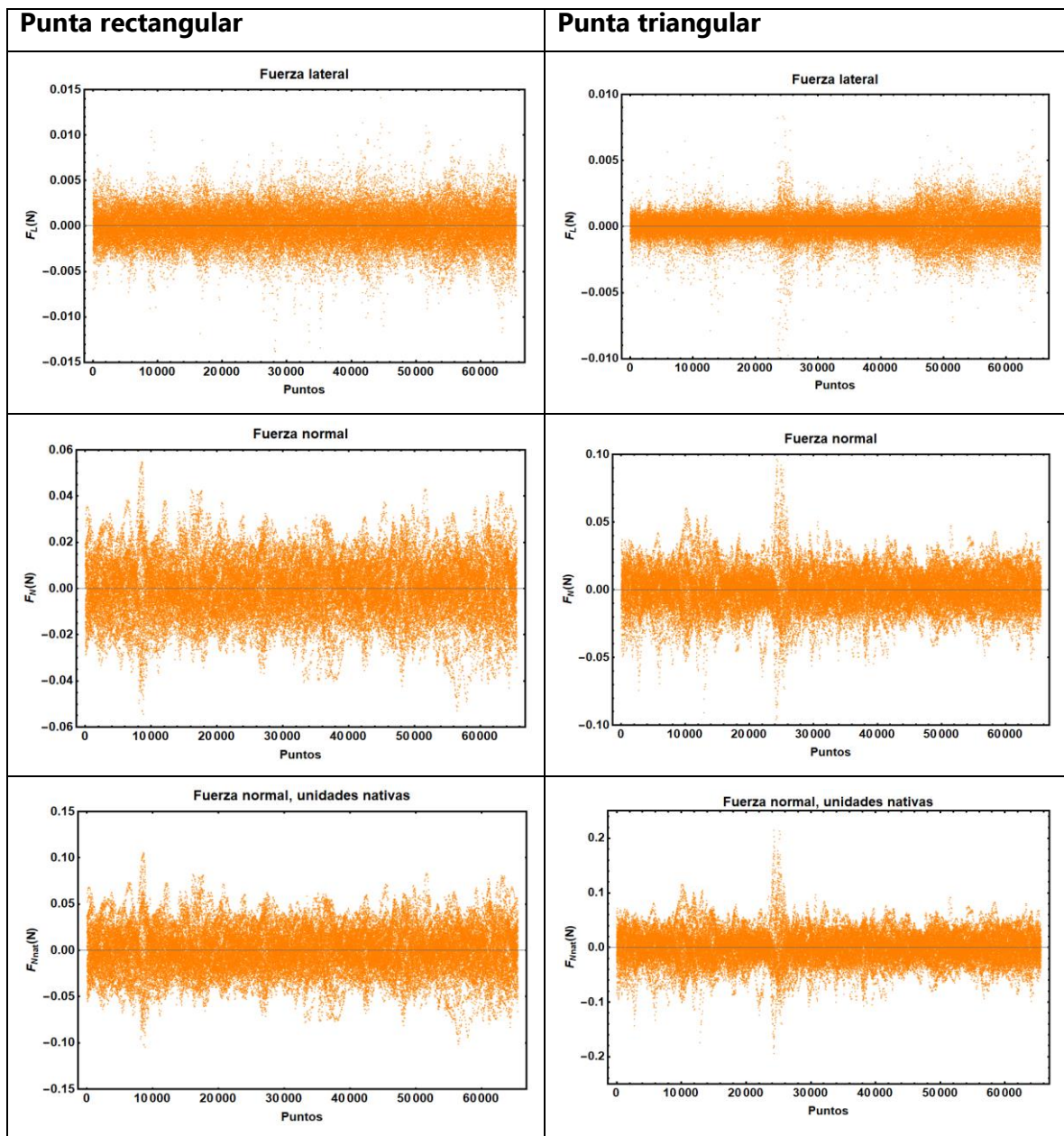


Figura 4.5 Fuerza normal y lateral, teórica y experimental para ambos casos.

En la sección 3.2.1, se describió la fuerza lateral como el producto de un coeficiente multiplicado por la suma de la fuerza normal aplicada entre la punta y el material en estudio, por lo que, el coeficiente de fricción es la razón entre la fuerza lateral y la fuerza normal.

Se puede notar que la fuerza normal es menor en el caso rectangular por lo que tendría que ser menor el coeficiente de fricción para esa punta.

Retomando la tabla 4.1, la longitud de cada cantiléver considerando TSB, rectangular frente a triangular, es una relación  $430 > 116 \mu m$  y el espesor del cantiléver es cinco veces mayor en el caso rectangular  $3 > 0.6 \mu m$ , lo cual influye notablemente, por lo que el par de fuerza en dirección normal será mayor para el segundo caso. Aparte, la altura de la punta, es decir del extremo inferior al cantiléver, es tres veces mayor para el rectangular  $17.5 > 5.25 \mu m$ , lo cual puede afectar en mayor medida este último, durante la medición de señal lateral.

El módulo de rigidez a corte implica la presencia de esfuerzos internos provocados por pares de fuerza tangenciales y este a su vez, tomando en cuenta la geometría, influye en la torsión que se pueda generar en el cantiléver, este módulo es casi tres veces mayor ( $122.58 > 43.91 GPa$ ) en el caso del cantiléver triangular, lo cual quiere decir que éste último admite mayor torsión.

Finalmente, se espera un coeficiente de fricción mayor en el caso de la punta con cantiléver triangular, tal como se muestra en la tabla de resultados 4.2.

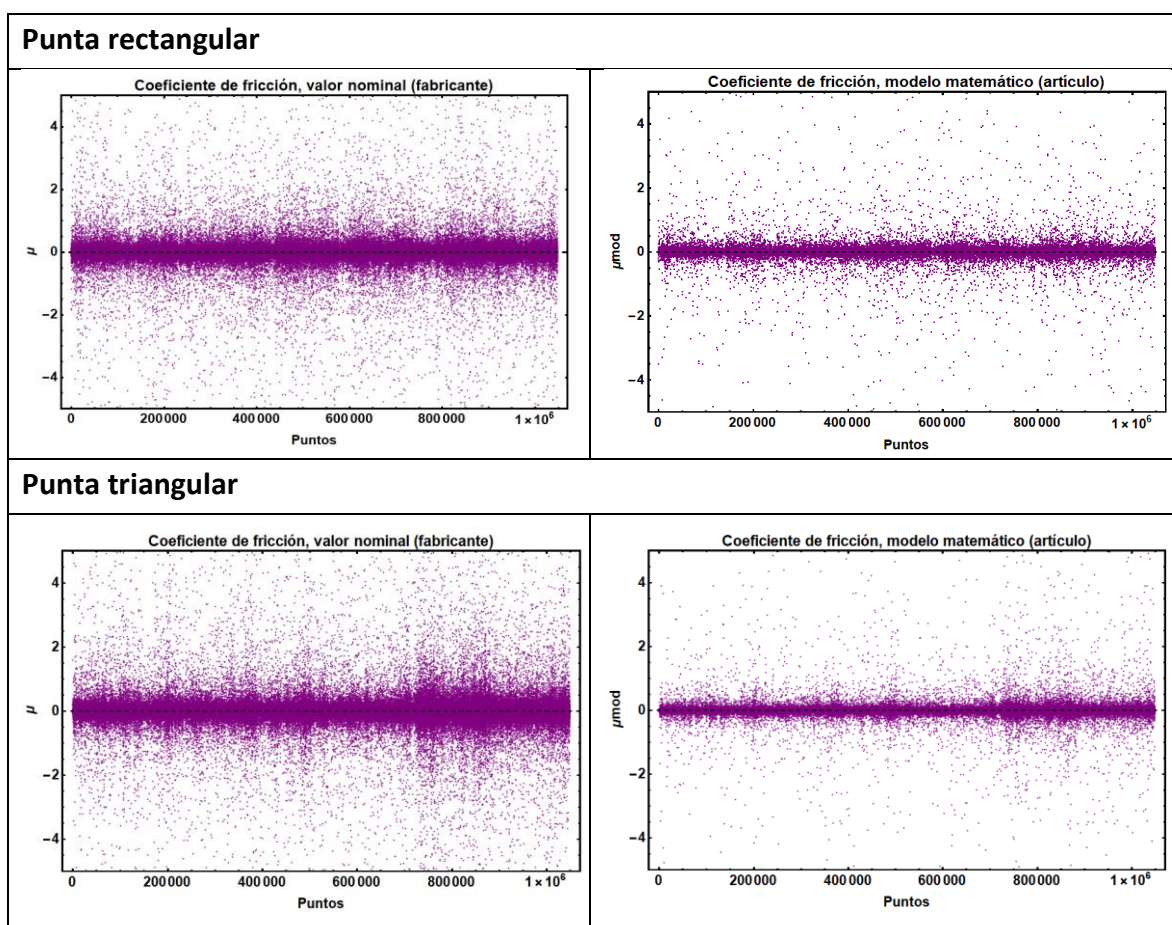


Figura 4.6 Representación de los Coeficientes de fricción resultantes.

## 4.2 Determinación de los parámetros de rugosidad

Durante el ensayo, se han determinado algunos parámetros de altura que complementan la caracterización de rugosidad, obteniendo lo siguiente:

Tabla 4.5 *Parámetros de altura sobre la superficie*

| Parámetro                      | Representación | Valor ( $\mu\text{m}$ ) |
|--------------------------------|----------------|-------------------------|
| <i>Altura media cuadrática</i> | Sq             | 0.48                    |
| <i>Altura de pico máxima</i>   | Sp             | 7.53                    |
| <i>Altura de valle mínima</i>  | Sv             | 2.82                    |
| <i>Altura máxima</i>           | Sz             | 10.4                    |
| <i>Altura media aritmética</i> | Sa             | 0.39                    |

Nota: Designados con la letra "S" por referirse a la superficie en este caso.

Estos parámetros no proveen datos del tamaño ni de la irregularidad de las asperezas presentes, sin embargo, se analiza la curva de Abbott-Firestone, que es una representación estadística para determinar el área real de contacto, la fracción de superficie que conforma el perfil o la topografía existente.

Al analizar las gráficas de distribución, del escaneo realizado con el rugosímetro óptico, se observa que tiende a ser una distribución normal, con dispersión homogénea de asperezas, información que sirve para comprobar que se cuenta con una superficie nominalmente plana.

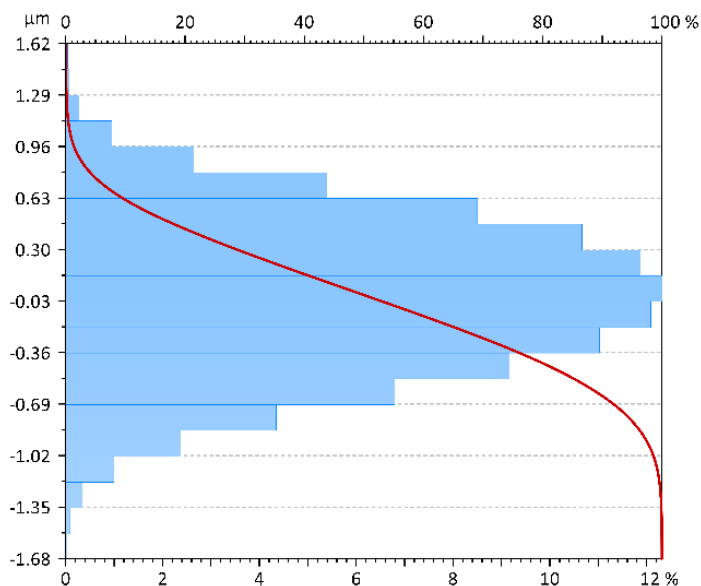


Figura 4.7 Curva de Abbott-Firestone.

Los límites de la curva son el valle mínimo y el pico máximo, es decir  $2.82$  y  $7.53 \mu\text{m}$ , encontrándose entre ellas la línea media que divide por la mitad el perfil. La altura máxima  $S_z$  es aproximadamente  $10.4 \mu\text{m}$ , dentro de esta se halla la porción de material que forma parte de la superficie medida y sobre la cual se encuentra el área de contacto verdadera, la cual es menor que la aparente ( $100 \mu\text{m}^2$ ). La altura promedio  $S_a$ , a partir de la línea media es  $0.39$  que representa la variación de picos y valles, cuya desviación estándar  $S_q$  es  $0.48$ .

Se midieron 30 regiones aleatorias de  $10 \times 10 \mu\text{m}$  en la superficie, para cada una de las puntas empleadas en el AFM, donde la variación de picos y valles no es significativa entre cada una de ellas, lo cual también permite inferir que la rugosidad no alteró los resultados de fricción.

Por lo anterior, no fue necesario medir con ambas puntas, las mismas 15 regiones, ya que al medir una gran cantidad de puntos sobre un área que abarcó las regiones mencionadas, se justifica una variación mínima entre una región y otra. Además de no incluir en el presente trabajo una relación cuantitativa o directa entre la fricción y la rugosidad. En la siguiente figura se observa un mapa en dos dimensiones del área medida ( $1000 \times 1000 \mu\text{m}$ ).

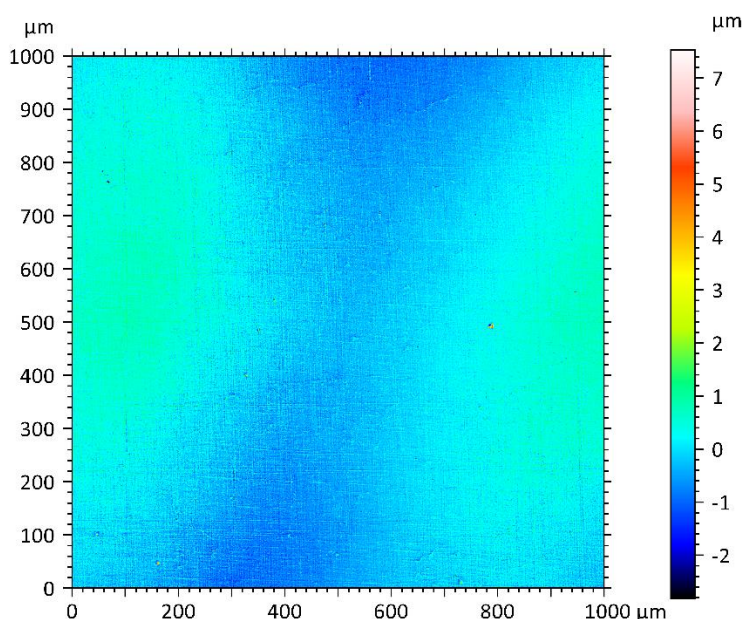


Figura 4.8 Mapa en dos dimensiones de la región nivelada y recortada.

Las alturas indicadas con color verde son ligeramente mayores que aquellas coloreadas en azul, lo cual sugiere una ondulación en el área de escaneo, detalle que puede apreciarse mejor en la figura en tres dimensiones (Figura 4.9).

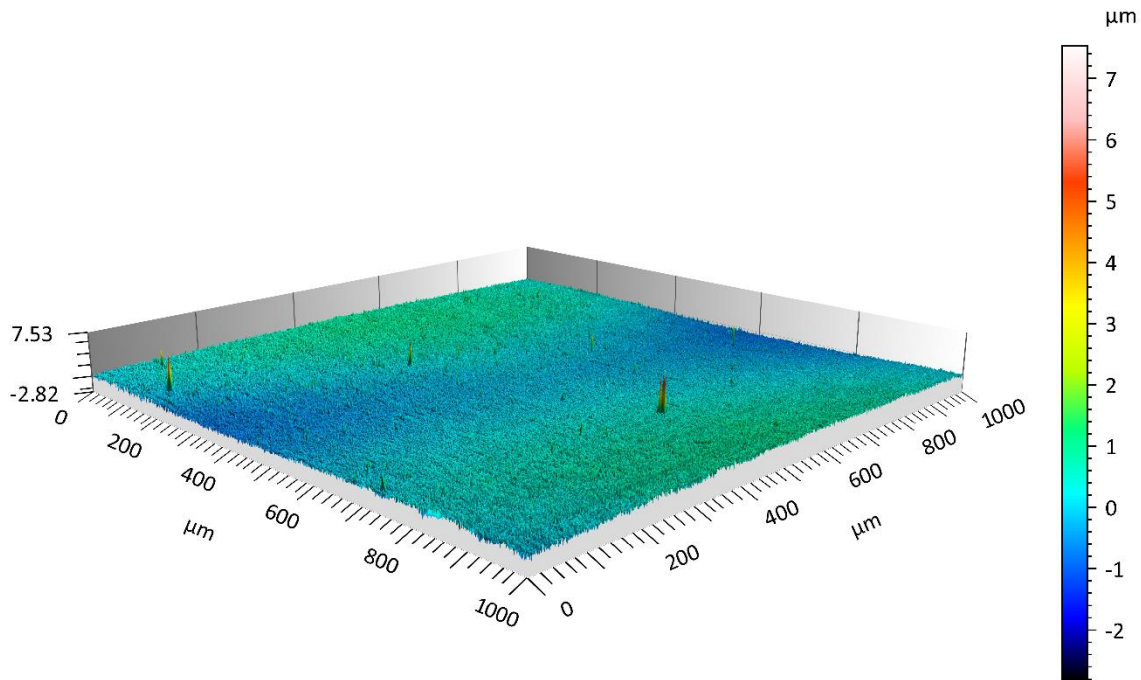


Figura 4.9 Representación en tres dimensiones (3D) de la región nivelada 1000 x 1000  $\mu\text{m}$ .

Se observa en la figura 3D que en general las alturas varían poco, se logra identificar mejor la ondulación en la muestra, producto de la preparación de la superficie, cuyo nivel inferior se define al medio por las alturas menores. Es posible observar algunos puntos con elevación significativa, alcanzando los 5  $\mu\text{m}$  (color naranja), los cuales se explican cómo mediciones en las que el ángulo de reflexión se desplazó por la posible presencia de partículas de polvo sobre la muestra o incluso partículas del mismo material con geometrías raras que pudieron desviar el haz de luz. Cabe destacar que este tipo de mediciones demoran más de nueve horas en ser concretadas por la cantidad de puntos a censar en una región determinada, sin algún tipo de control sobre la atmósfera que rodea al equipo.

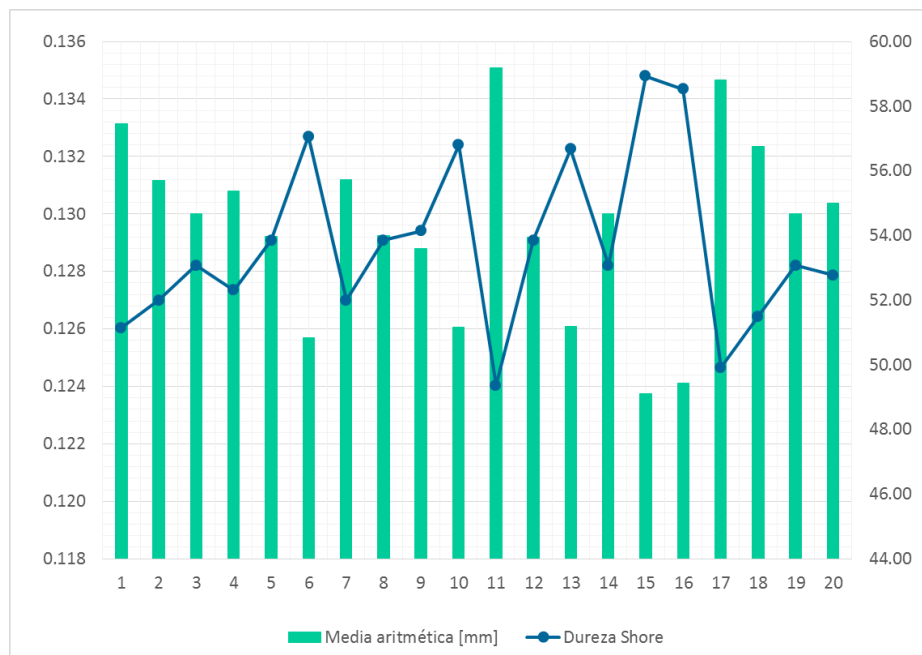
### 4.3 Determinación de dureza

En la siguiente tabla se muestran las medidas de las huellas del indentador, la media aritmética obtenida de los veinte ensayos, el resultado de la sustitución de dichos datos en la expresión matemática que determina la dureza Vickers (ecuación 1.7), la conversión a dureza Shore, así como su desviación estándar.

Tabla 4.6 Resultados de las mediciones de dureza

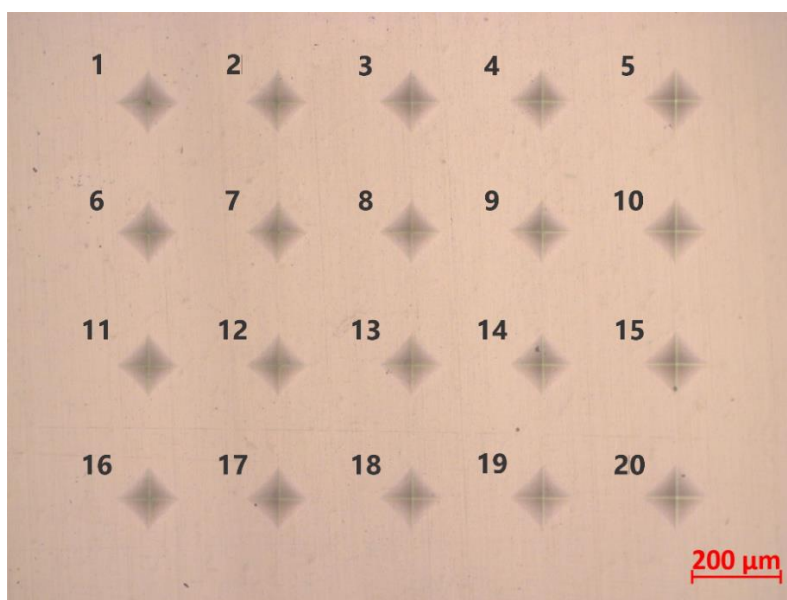
| Ensayo       | Diagonales principales ( $\mu\text{m}$ ) |               | VHN                        | VHN (Mpa)    | Shore       |
|--------------|------------------------------------------|---------------|----------------------------|--------------|-------------|
|              | Horizontal                               | Vertical      |                            |              |             |
| 1            | 135.48                                   | 130.78        | 383                        | 39.19        | 51.14       |
| 2            | 128.45                                   | 133.90        | 395                        | 40.37        | 52          |
| 3            | 126.85                                   | 133.19        | 402                        | 41.094       | 53.077      |
| 4            | 127.67                                   | 133.91        | 397                        | 40.61        | 52.31       |
| 5            | 126.86                                   | 131.56        | 407                        | 41.61        | 53.85       |
| 6            | 122.17                                   | 129.22        | 430                        | 43.97        | 57.067      |
| 7            | 130.84                                   | 131.55        | 395                        | 40.36        | 52          |
| 8            | 127.69                                   | 130.78        | 407                        | 41.59        | 53.85       |
| 9            | 123.73                                   | 133.88        | 409                        | 41.87        | 54.14       |
| 10           | 123.73                                   | 128.37        | 428                        | 43.72        | 56.8        |
| 11           | 134.7                                    | 135.48        | 372                        | 38.067       | 49.36       |
| 12           | 124.48                                   | 133.91        | 407                        | 41.62        | 53.85       |
| 13           | 120.6                                    | 131.56        | 427                        | 43.7         | 56.67       |
| 14           | 128.43                                   | 131.57        | 402                        | 41.10        | 53.077      |
| 15           | 121.44                                   | 126.06        | 444                        | 45.36        | 58.93       |
| 16           | 120.6                                    | 127.64        | 441                        | 45.09        | 58.53       |
| 17           | 133.88                                   | 135.45        | 375                        | 38.3         | 49.91       |
| 18           | 130                                      | 134.7         | 388                        | 39.66        | 51.5        |
| 19           | 128.43                                   | 131.56        | 402                        | 41.11        | 53.077      |
| 20           | 126.054                                  | 134.69        | 400                        | 40.87        | 52.77       |
| <b>Media</b> | <b>127.1</b>                             | <b>131.99</b> | <b>406</b>                 | <b>41.46</b> | <b>53.7</b> |
|              |                                          |               | <b>Desviación estándar</b> | <b>2.036</b> | <b>2.67</b> |

Durante el ensayo número 11, se obtuvo el menor valor de dureza con 38.067 MPa, mientras que para el ensayo 15, el mayor valor con 45.36 MPa, para comparar dichos resultados es necesario analizar la huella sobre la superficie. Recordando que la dureza es una medida de la deformación plástica que el material sufre al ensayarse, las marcas sobre el material pueden revelar qué tanto penetró el indentador en el material. En la siguiente gráfica se muestra la relación para cada uno de los ensayos.



*Figura 4.10* Gráfica que muestra la relación entre la media aritmética obtenida a partir de las diagonales principales medidas en las huellas y los valores de dureza en escala Shore.

Se realizaron cinco indentaciones en cuatro líneas. En la figura 4.11, se observa un cambio de tonalidad en las diagonales principales de las huellas, se definen mejor en las huellas que se encuentran del lado derecho, lo cual puede indicar una inclinación, producto de la preparación de la muestra, siendo el lado derecho el de mayor altura.



*Figura 4.11* Fotografía tomada en el microscopio óptico marca Zeiss® modelo Axio imager 2, donde se observan las 20 indentaciones realizadas en el módulo Micro.

## Capítulo 5 Conclusiones

La preparación de la probeta de un polímero debe ser planeada con detalle, ya que, al ser materiales con una porosidad alta, bajo punto de fusión y rigidez, resultan difíciles de maquinar sin afectar su estructura interna. Además, se debe tener control en la limpieza de los equipos y con la misma probeta, debido a que son materiales que cuentan con elevada ductilidad y su dureza comparada con otros materiales con los que pueden tener contacto normalmente es menor y por lo tanto, suele ser penetrado o rayado de algún modo, esto es un detalle crítico si lo que se busca es obtener datos a escalas pequeñas, más aún si se trata del análisis de una superficie. Ejemplo de esto, sucedió en el lijado donde se incrustó carburo de silicio de la lija en la superficie del UHMWPE.

El microscopio de fuerza atómica es un equipo sumamente útil en el cual se pueden realizar gran cantidad de experimentos, al comprender su principio de funcionamiento y tener los datos que se quieren obtener para comprobar un determinado fenómeno; pero hay detalles que se deben tomar en consideración al trabajar con un equipo cuyo sistema es tan sensible, ya que las vibraciones presentes son un problema cuando el objetivo es calibrado.

La distribución de picos y valles en la superficie obtenida con el acabado superficial parece ser de tipo normal al nivel de análisis de este trabajo. Sin embargo, no es del todo una distribución normal y pudiera analizarse obteniendo la rugosidad para pequeñas regiones donde se evalúe la fricción, permitiendo relacionar de manera cuantitativa los resultados para ambas propiedades.

Las puntas empleadas como parte de la herramienta de medición son tan pequeñas que es difícil distinguir si se encuentran en buenas condiciones, ya que con una colisión diminuta pueden dañarse o desgastarse rápidamente durante el análisis; otro detalle de las puntas es que se debe verificar minuciosamente cada dato de especificación, ya que existen puntas fabricadas con los mismos materiales, pero con dimensiones ligeramente distintas, o viceversa, lo cual altera de manera significativa los resultados.

No es posible definir si una punta es mejor que otra o si alguna de ellas es más adecuada para estudiar este tipo de material, de hecho los datos obtenidos guardan una estrecha relación entre sí y para llevar a cabo ese tipo de comparación se requiere de un análisis más profundo, así como un control global de las condiciones de frontera que permita reducir la dispersión en los resultados.

Al utilizar un modelo matemático, la desviación que se obtiene en los ensayos de fricción es menor y además, los valores promedio se hallan dentro del orden de magnitud de aquellos reportados como válidos en artículos, libros y otras fuentes dónde me fue posible conocer la existencia de estudios afines. El haber empleado dos puntas y encontrar los datos dentro de un rango, demuestra que la metodología es conveniente.

Los resultados de rugosidad demuestran que la superficie fue adecuada para obtener datos a partir de ella y que, en ciertas zonas, debido a irregularidades superficiales los datos de fricción pueden verse afectados. La dureza presenta una desviación pequeña y su comportamiento es congruente con la teoría.

Se comprueba entonces, que a pesar de que se ensaya un mismo material, el hecho de emplear dos puntas diferentes para las pruebas, influye en los resultados, lo cual sugiere el empleo de diferentes puntas de acuerdo con ciertos materiales. La velocidad de barrido del microscopio se ajusta con el número de puntos censados y ciertos valores de frecuencia para encontrar la estabilidad, así que ello también puede alterar el comportamiento mecánico del cantiléver.

Los alrededores también influyen en gran medida para el módulo Micro, ya que al mantener una pieza en ensayo durante tanto tiempo y dentro un espacio no controlado, partículas de todo tipo pueden ser captadas de tal forma que se distorsione el reflejo del haz y se omitan datos irrelevantes; aunado al reflejo, la opacidad de los materiales es un factor que al utilizar sistemas ópticos debe tenerse en consideración, ya que la intensidad tiene que mantenerse en un intervalo donde las mediciones sean correctas, si no se alcanza a distinguir el material, debe emplearse un elemento que apoye la reflexión como un espejo a un costado de donde incide el haz.

La metodología para determinar la caracterización superficial funciona, puede aplicarse para diferentes tipos de materiales, la determinación del módulo de elasticidad al analizar las curvas de profundidad contra desplazamiento del indentador durante el ensayo de dureza o la relación directa entre rugosidad y fricción, al medir la rugosidad en las regiones de donde se obtiene la fricción en el microscopio de fuerza atómica y así saber cómo influye en el desgaste del material, estudios de adhesión, entre otras.

Con respecto a la aplicación biomédica de este material, como se ha explicado, el coeficiente de fricción depende de un par de contacto por lo que debe referenciarse el análisis al par y no sólo al análisis superficial de los materiales. En este trabajo se pretendió conocer cómo se lleva a cabo una caracterización superficial, que implicaciones tiene, que instrumentos se pueden emplear, sus modos de operación, entre otros detalles, lo cual se cumplió satisfactoriamente.

El análisis de los materiales biomédicos implica llevar a cabo experimentación a escala real, con simulación de movimientos específicos para determinar en qué puntos de apoyo el desgaste es más crítico y cómo es la distribución de carga sobre las prótesis.

El UHMWPE tiene características que lo distinguen de otros polímeros, su resistencia al desgaste es buena, así que si es posible mejorar sus propiedades, mediante un tratamiento o reforzarlo con otro material, podría elevarse su desempeño en todo tipo de aplicaciones.

Ha sido muy interesante llevar a cabo cada experimento y comprobar conocimientos a partir del desarrollo de este proyecto de tesis, ya que es posible reconocer particularidades que deben ser consideradas en el estudio de los materiales y cómo su estudio puede impactar en diferentes áreas industriales, donde la tribología está presente en todo elemento mecánico.

## Bibliografía

- Abbott, E. J. & Firestone, F. A., 1933. Specifying surface quality - a method based on accurate measurement and comparison. *ASME Journal of Mechanical Engineering*, pp. 569-572.
- Alhashmy, H. A., 2012. s.l.:s.n.
- Anon., 2013. *Maryland Metrics*. [Online]  
Available at: <https://mdmetric.com/tech/hardnessconversion.html>
- Anon., 2018. *ASTM International*. [Online]  
Available at: <https://www.astm.org/Standards/F2033.htm>
- Aregay, J., Doménech, B., Flores, J. & Fransoy, M., 1996. *Tecnología óptica*. Primera ed. Barcelona: Los autores.
- Baena, J. C. & Peng, Z., 2007. *Mechanical and tribological performance of UHMWPE influenced by temperature change*. Sydney: Elsevier.
- Bhushan, B. & Kulkarni, A. V., 1996. *Thin Solid Films*. s.l.:s.n.
- Bruker Nano Inc., 2018. *Bruker Nano Inc.*. [Online]  
Available at: <http://www.brukerafmprobes.com/p-3652-mpp-13120-10.aspx>
- Carpick, R. W. & Salmeron, M., 1997. *American Chemical Society*. s.l.:s.n.
- CROW, 2015. *Polymer Properties Database*. [Online]  
Available at: <http://www.polymerdatabase.com/>
- Eaton, P. & West, P., 2010. *Atomic Force Microscopy*. New York: Oxford University Press.
- Figuerola, C. G., 2016. *Modificación estructural por contacto deslizante en materiales dúctiles: efectos de composición y ductilidad*. Ciudad de México: Universidad Nacional Autónoma de México.
- Gohar, R. & Rahnejat, H., 2008. *Fundamentals of tribology*. London: Imperial College Press .
- Hernández, O., 2015. *Caracterización mediante pruebas de tensión, relajación de esfuerzos y tenacidad del UHMWPE*. México: s.n.
- Image Engineering ©, 2017. *Image Engineering*. [Online]  
Available at: <https://www.image-engineering.de/library/technotes/750-longitudinal-and-lateral-chromatic-aberration>
- Kanaga, K. S., 2008. Friction and wear behaviour of ultra high molecular weight polyethylene as a function of polymer crystallinity. *Elsevier*, p. 10.
- Kanaga, K. S. et al., 2008. *Acta Biomaterialia*. s.l.:Elsevier.
- Khonsari, M. M. & Booser, E. R., 2001. *Applied tribology Bearing design and lubrication*. USA: John Wiley & Sons Inc..

- Kopeliovich, D., 2017. *SubsTech Substances & Technology*. [Online]  
Available at: [http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=mechanisms\\_of\\_wear](http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=mechanisms_of_wear)
- Kurtz, S. M., 2009. *UHMWPE Biomaterials Handbook*. s.l.:Elsevier Inc..
- Ludema, K. C., 1996. *Friction, Wear, Lubrication*. Michigan: CRC Press, Inc..
- Mangonon, P. L., 1999. *The Principles of Materials Selection for Engineering Design*. United States of America: Prentice-Hall, Inc..
- Microcoat Technologies, s.d. *Shore (Durometer) hardness test*. [Online]  
Available at: <http://www.m-coat.com>
- Nanociencie Instruments, 2017. *nanoScience Instruments*. [Online]  
Available at: <http://www.nanoscience.com/technology/optical-profiler-technology/how-profilometer-works/>
- Nanovea ©, 2017. *NANOVEA / A Better Measure*. [Online]  
Available at: <https://nanovea.com/>
- Neumeister, J. M. & William, D. A., 1994. s.l.:s.n.
- Nobel Media ©, 2017. *The Scanning Tunneling Microscope*. [Online]  
Available at: <https://www.nobelprize.org/educational/physics/microscopes/scanning/>
- Oliver, W. C. & Pharr, G. M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journals of materials research*, Volume 7, pp. 1564-1583.
- O'Shea, S. J., Welland, M. E. & Wong, T. M. H., 1993. s.l.:s.n.
- Popolov, V. L., 2010. *Contact Mechanics and Friction*. Berlin: Springer.
- SEGOB, S. d. G., 1987. *Diario Oficial de la Federación*. [Online]  
Available at: [http://www.dof.gob.mx/nota\\_detalle.php?codigo=4665296&fecha=08/07/1987](http://www.dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=4665296&fecha=08/07/1987)  
[Consultato il giorno 2018].
- Sunita, P. H., 2002. Nanotribology on CoCr-UHMWPE TJR prosthesis using atomic force microscopy. *Elsevier*, p. 11.
- The Quadrant group of companies, 2018. *QUADRANT*. [Online]  
Available at: <https://www.quadrantplastics.com/na-en/products/engineering-plastics/standard-175-f/tivar-R-uhmw-pe-family-of-products/tivar-R-1000.html>
- Williams, J., 2005. *Engineering Tribology*. United States of America: Cambridge University Press.
- Yilmaz, G., Ellingham, T. & Turng, L.-S., 2017. Improved injection molding of Ultra High Molecular Weight Polyethylene using supercritical nitrogen. *SPE ANTEC*, p. 6.
- Zivic, F., 2014. Friction coefficient of UHMWPE during dry reciprocating sliding. *Tribology in industry*, p. 6.

Anexo

## V - Shape

### Data

```
(*Thickness*)
t = 0.6 * 10^-6;
(*Width*)
w = 20 * 10^-6;
(*Beam angle*)
α = 28.6 * (π / 180);
(*Lenght*)
l = 120 * 10^-6;
(*Tip height*)
h = 5.25 * 10^-6;
(*Nominal tip setback*)
d = 4 * 10^-6;
```

### Mechanical Properties

```
(*Normal spring constant*)
KN = 0.24;
(*Silicon nitride Young's modulus*)
MY = 304 * 10^9;
(*Poisson rate*)
ν = 0.24;
```

```
(*Normal spring constant <Model KN>*)
ΔI = 3 / (MY t^3 Tan[α]) ( (w / Sin[α] - 2 d)^2 - d^2 (2 Log[w / (d Sin[α]) + 1]) )
r = (l Tan[α] + (w - d Sin[α]) (1 - ν) Cos[α]) / (2 - (1 - ν) (Cos[α])^2)
ΔII = (l^2 / (MY w t^3 (Cos[α])^2)) ( (2 l / Cos[α]) + 3 (w Cot[α] - d Cos[α] - r Sin[α]) )
θII = (3 l (1 + ν) / (MY w t^3 Cos[α])) (w / Sin[α] - d + r Cot[α])
cz = ΔI + ΔII + θII (w / Sin[α] - d)

KNexp = (1 / cz) * 10^3
(*Shear modulus*)
GT = MY / (2 * (1 + ν));
(*Lateral spring constant*)
KL = (10^3) * ( (MY * t^3 / (3 * (1 + ν) * h^2)) ( (1 / Tan[α]) (Log[w / (d * Sin[α])]) ) + (1 * Cos[α] / w - 3 Sin[2 * α] / 8) )^-1
```

### Test's Details

```
(*Applied voltage during force spectroscopy*)
fc = 1.875
```

**Data cleaning (lateral signal)**

```

dir = SetDirectory["H:\\AFM_Friction\\Triangular\\TestsT\\Lateral signal"];

dataListP = FileNames["*.csv"];
nIndP = Length[%];

b1 = Transpose[Flatten[Table[Import[dataListP[[i]]], {i, 1, nIndP}], 1]];

P = RotateRight[b1, 18];

longe = Length[P[[;;, 1]]]

longe2 = Length[P[[1, ;;]]]

fit2Line = Table[LinearModelFit[P[[i]], x, x], {i, 1, longe}];
fit2NLine = % // Normal;

fit = Table[fit2Line[[i]]["FitResiduals"], {i, 1, longe}];

m = Table[Mean[fit[[i]]], {i, 1, longe}]

Pf = Table[P[[i]] - m[[i]], {i, 1, longe}];

```

**Data cleaning (Heights)**

```

dir = SetDirectory["H:\\AFM_Friction\\Triangular\\TestsT\\Heights"];

dataListPh = FileNames["*.csv"];
nIndPh = Length[%];

b2 = Transpose[Flatten[Table[Import[dataListPh[[i]]], {i, 1, nIndPh}], 1]];

Ph = RotateRight[b2, 18];

longeh = Length[Ph[[;;, 1]]]

longe2h = Length[Ph[[1, ;;]]]

fit2Lineh = Table[LinearModelFit[Ph[[i, ;;]], x, x], {i, 1, longeh}];
fit2NLineh = % // Normal;

fith = Table[fit2Lineh[[i]]["FitResiduals"], {i, 1, longeh}];

mh = Table[Mean[fith[[i]]], {i, 1, longeh}]

Pfh = Table[Ph[[i]] - mh[[i]], {i, 1, longeh}];

```

**Data cleaning (Native heights)**

```

dir = SetDirectory["H:\\AFM_Friction\\Triangular\\TestsT\\Native"];

dataListPn = FileNames["*.csv"];
nIndPn = Length[%];

b3 = Transpose[Flatten[Table[Import[dataListPn[[i]]], {i, 1, nIndPn}], 1]];

```

```

Pn = RotateRight[b3, 18];

longen = Length[Pn[[;;, 1]]]

longe2n = Length[Pn[[1, ;;]]]

fit2Linen = Table[LinearModelFit[Pn[[i, ;;]], x, x], {i, 1, longen}];
fit2NLinen = % // Normal;

fitn = Table[fit2Linen[[i]]["FitResiduals"], {i, 1, longen}];

mn = Table[Mean[fitn[[i]]], {i, 1, longen}]

Pfn = Table[Pn[[i]] - mn[[i]], {i, 1, longen}];

```

## Coefficient Of Friction

```

LatBWR = Table[Pf[[i + 1]], {i, 0, 29, 2}];

LatFWR = Table[Pf[[i + 1]], {i, 1, 29, 2}];

TopBWR = Table[Pfh[[i + 1]], {i, 0, 29, 2}];

TopFWR = Table[Pfh[[i + 1]], {i, 1, 29, 2}];

TopBWRnat = Table[Pfn[[i + 1]], {i, 0, 29, 2}];

TopFWRnat = Table[Pfn[[i + 1]], {i, 1, 29, 2}];

```

### Force spectroscopy: deflection signal

```

tdata = 20; dir = SetDirectory["H:\\AFM_Friction\\Triangular\\Deflection"];

DataListD = FileNames["*.dat"];
nCurvD = Length[%];

b4 = Table[Import[%[[i]]][[16 ;;]], {i, 1, %}];

feD = RotateRight[b4, 9];

Table[ListPlot[feD[[i, ;;, 2]]], {i, 1, nCurvD}]

yD = Table[(feD[[i, ;;, 2]] - Mean[feD[[i, ;; 50, 2]]]), {i, 1, nCurvD}];

xD = Table[(feD[[i, ;;, 1]] - Mean[feD[[i, ;; 50, 2]]]), {i, 1, nCurvD}];

Table[ListPlot[yD[[i]]], {i, 1, nCurvD}]

yDclean = Table[Select[yD[[i]], # > 0.5 &][[;; tdata]], {i, 1, nCurvD}];

Table[ListPlot[yDclean[[i]]], {i, 1, nCurvD}]

```

```

PosDy = Table[Position[yD[[i]], yDclean[[i, j]]], {i, 1, nCurvD},
  {j, 1, Dimensions[yDclean][[2]]}][[;;, ;;, 1, 1]];

posD = Table[DeleteDuplicates[PosDy[[i]]] // Flatten, {i, 1, nCurvD}];

Table[Dimensions[posD[[i]]], {i, 1, nCurvD}]

coorYD = Table[yD[[i]][[posD[[i, j]]]], {i, 1, nCurvD}, {j, 1, Dimensions[posD][[2]]}];
coorXD = Table[xD[[i]][[posD[[i, j]]]], {i, 1, nCurvD}, {j, 1, Dimensions[posD][[2]]}];

coorD = Table[Transpose[{coorXD[[i]], coorYD[[i]]}], {i, 1, nCurvD}];

Table[ListPlot[coorD[[i]]], {i, 1, nCurvD}]

modelD = Table[LinearModelFit[coorD[[i]], x, x], {i, 1, nCurvD}] // Normal

slopeD = Table[ $\frac{1}{\text{modelD}[[i, 2, 1]]}$ , {i, 1, nCurvD}]

```

### Force spectroscopy: lateral signal

```

dir = SetDirectory["H:\\AFM_Friction\\Triangular\\Lateral"];

DataListL = FileNames["*.dat"];
nCurvL = Length[%];

b5 = Table[Import[%[[i]]][[16;;]], {i, 1, %}];

feL = RotateRight[b5, 9];

Table[ListPlot[feL[[i, ;;, 2]]], {i, 1, nCurvL}]

yL = Table[(feL[[i, ;;, 2]] - Mean[feL[[i, ;; 50, 2]]]), {i, 1, nCurvL}];

Table[Dimensions[yL[[i]]], {i, 1, nCurvL}]

xL = Table[(feL[[i, ;;, 1]] - Mean[feL[[i, ;; 50, 2]]]), {i, 1, nCurvL}];

yLclean = Table[Select[yL[[i]], # > 0.5 &][[;; tdata]], {i, 1, nCurvL}];

Table[Dimensions[yLclean[[i]]], {i, 1, nCurvL}]

Table[ListPlot[yLclean[[i]]], {i, 1, nCurvL}]

PosLy = Table[Position[yL[[i]], yLclean[[i, j]]], {i, 1, nCurvL},
  {j, 1, Dimensions[yLclean][[2]]}];

Table[Dimensions[PosLy[[i]]], {i, 1, nCurvL}]

posL = Table[DeleteDuplicates[PosLy[[i]]] // Flatten, {i, 1, nCurvL}];

Table[ListPlot[posL[[i]]], {i, 1, nCurvL}]

Table[Dimensions[posL[[i]]], {i, 1, nCurvL}]

```

```

coorYL = Table[yL[[i]][posL[[i, j]]], {i, 1, nCurvL}, {j, 1, Dimensions[posL][[2]]}];
coorXL = Table[xL[[i]][posL[[i, j]]], {i, 1, nCurvL}, {j, 1, Dimensions[posL][[2]]}];

coorL = Table[Transpose[{coorXL[[i]], coorYL[[i]]}], {i, 1, nCurvL}];

Table[ListPlot[coorL[[i]]], {i, 1, nCurvL}]

modell = Table[LinearModelFit[coorL[[i]], x, x], {i, 1, nCurvL}] // Normal

slopeL = Table[ $\frac{1}{\text{modell}[[i, 2, 1]]}$ , {i, 1, nCurvL}]

```

### Lateral force

```

FL = Table[Flatten[KL * ( $\frac{\text{LatFWR}[[i]] + \text{LatBWR}[[i]]}{2}$ ) * slopeL[[i]] * (10-5) * (106)], {i, 1, 15}];

```

### Normal force (Model KN)

```

FNexp = Table[Flatten[KNexp * ( $\frac{\text{TopFWRnat}[[i]] + \text{TopBWRnat}[[i]]}{2}$ ) * slopeD[[i]] * (105) * (106)], {i, 1, 15}];

```

### Normal force (Datasheet KN)

```

FN = Table[Flatten[KN * ( $\frac{\text{TopFWR}[[i]] + \text{TopBWR}[[i]]}{2}$ ) * (109)], {i, 1, 15}];

```

### Surface Coefficient of friction (Model KN)

```

μexp = Table[ $\frac{\text{FL}[[i]]}{\text{FNexp}[[i]]}$ , {i, 1, 15}];

```

### Surface Coefficient of friction (Datasheet KN)

```

μ = Table[ $\frac{\text{FL}[[i]]}{\text{FN}[[i]]}$ , {i, 1, 15}];

```

### Mean COF

```

Table[Abs[Mean[μexp[[i]]]], {i, 1, 15}]

Table[Abs[Mean[μ[[i]]]], {i, 1, 15}]

μexpV = Table[Mean[DeleteCases[Abs[μexp[[i]]], ∞]], {i, 1, 15}]

μV = Table[Mean[DeleteCases[Abs[μ[[i]]], ∞]], {i, 1, 15}]

```