



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO**



**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO
DOCTORADO EN CIENCIAS
EN INGENIERÍA MECÁNICA**

**“SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ESPUMAS DE
ALEACIÓN 75%Ti-13%Ta-12%Sn CON ADITIVOS DE
NANOTUBOS DE CARBONO PARA APLICACIONES
BIOMÉDICAS”**

TESIS

**Que para obtener el grado de:
DOCTOR EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA**

Presenta

M. en I. Abraham Alberto Mejía Hernández

Asesor

Dr. Luis Béjar Gómez

Morelia Mich., México. Diciembre 2022.

INDICE

INDICE	2
INDICE DE TABLAS	5
INDICE DE FIGURAS	6
RESUMEN	10
PALABRAS CLAVE	11
ABSTRACT	12
KEYWORDS	13
1. INTRODUCCIÓN	14
1.1 ANTECEDENTES	15
1.1.1 Espumas metálicas de aleación base Titanio	16
1.1.2 Nanotubos de carbono	18
1.1.2.1 Métodos de fabricación de Nanotubos de carbón	18
1.2 JUSTIFICACIÓN	20
1.3 HIPÓTESIS	20
1.4 OBJETIVOS	21
1.4.1 OBJETIVO GENERAL	21
1.4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
2. MARCO TEÓRICO	22
2.1 Pulvimetalurgia	22

2.2. Titanio	23
2.2 Propiedades de los Biomateriales	27
2.3 Biomateriales	28
2.4 Nanodureza	29
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL	31
3.1 Características de Materiales, equipos y desarrollo experimental de Nanotubos de Carbono	31
3.1.1 Elaboración de nanotubos	31
3.1.2. Dispersión de Nanotubos	37
3.2. Espectroscopia Raman	37
3.3. Microscopia Electrónica de Barrido	44
3.4 Materiales, Equipos y Desarrollo Experimental para la fabricación de probetas de aleación Ti-Ta-Sn con nanotubos y sin nanotubos de Carbono	53
3.4.1 Materiales	53
3.4.2. Pesaje de polvos metálicos y nanotubos de carbono con espaciador	53
3.4.3. Pesaje de polvos metálicos con espaciador	54
3.4.4. Preparación de las probetas en verde	54
3.4.3 Tamizado del Space-Holder Carbonato de amonio	55
3.4.4. Mezcla de los polvos	56
3.4.5. Compactación para la obtención de las probetas en verde	57
3.5. Técnicas de caracterización	65
3.5.1. Microscopía Óptica	65
3.5.2. Microscopia Electrónica de Barrido	65
4. RESULTADOS Y DESCUSIÓN	67
4.1 Caracterización de las muestras de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's mediante Microscopia Óptica (MO)	67
4.2. Caracterización de las muestras de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's mediante Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)	75
4.2.1. Preparación de las muestras	75
4.2.2. Imágenes tomadas en el MEB	76
4.3 Caracterización con EDS	82
4.4. Densidad	88

4.5. Caracterización por Ultrasonido (prueba mecánica no destructiva)	92
4.6 Caracterización por Microdureza Vicker's	99
4.7 Caracterización por Nanoindentación	105
4.7.1 Análisis Mecánico por Nanoindentación instrumentada ISO 14577-1 (ASTM E 2546)	105
4.8 Caracterización por compresión	110
4.9 Caracterización mediante difracción de rayos-X (DRX)	113
4.10 Corrosión	116
4.10.1 Solución Hank's Curvas de Tafel	121
4.10.1.1 Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) Solución Hank's	122
4.10.1.2 Microscopía Electrónica de Barrido Solución Hank's	124
4.10.1.3 Microscopía Electrónica de Barrido + EDS, Solución Hank's	125
4.10.2 Solución Salival Curvas de Tafel	128
4.10.2.1 Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) Solución Salival	129
4.10.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido Solución Salival	131
4.10.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido + EDS, Solución Salival	132
5. CONCLUSIONES	133
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	135
APENDICES	140

INDICE DE TABLAS

Tabla 1. <i>Propiedades físicas y mecánicas del titanio puro [46].</i>	24
Tabla 2. <i>Características de los materiales utilizados reporte del fabricante.</i>	53
Tabla 3. <i>Pesaje de polvos muestra de 8mm x 8mm</i>	53
Tabla 4. <i>Pesaje de polvos muestra de 8mm x 3mm</i>	54
Tabla 5. <i>Pesaje de polvos muestra de 8mm x 3mm</i>	54
Tabla 6. <i>Pesaje de polvos muestra de 8mm x 3mm</i>	54
Tabla 7. <i>Impurezas gas argón utilizado</i>	63
Tabla 8. <i>Densidad de probetas sin nanotubos de carbono</i>	90
Tabla 9. <i>Densidad de probetas con nanotubos de carbono</i>	91
Tabla 10. <i>Obtención del Módulo Elástico</i>	97
Tabla 11. <i>Obtención del Módulo Elástico y Modulo de Corte</i>	98
Tabla 12. <i>Resultados de caracterización de Microdureza Vicker's</i>	100
Tabla 13. <i>Resultado de Ensayo de Compresión de aleación metálica Ti Ta Sn con y sin NTC</i>	112
Tabla 14. <i>Resultados de la Tabla estadística</i>	113

INDICE DE FIGURAS

<i>Figura 1. Pasos generales de proceso metalurgia de polvos</i>	23
<i>Figura 2. Transformación de estructura fase α a fase β [46]</i>	25
<i>Figura 3. Clasificación de las aleaciones de titanio [46].</i>	26
<i>Figura 4. Comparación de las propiedades mecánicas de algunas aleaciones de biomateriales metálicos [54].</i>	28
<i>Figura 5. Nanoindentador Fischerscope HM 2000</i>	29
<i>Figura 6. Peso de los elementos para reproducción los nanotubos de carbono</i>	31
<i>Figura 7. a) Mortero de ágata con pistilo y b) Peso de los elementos macerados en crisol de alúmina</i>	32
<i>Figura 8. a) Horno TFM2-1200, b) Elementos a calcinar, c) Elementos calcinado</i>	33
<i>Figura 9. Peso del óxido de titanio</i>	34
<i>Figura 10. a) titanio puro, b) titanio calcinado, c) mezcla de elementos, d) Calcinación de los elementos para sinterizar por CVD</i>	35
<i>Figura 11. Elementos calcinados a 600°C</i>	35
<i>Figura 12. Horno a temperatura de 730°C con gabinete de control del suministro de los gases, Argón y Etileno</i>	36
<i>Figura 13. Nanotubos de Carbono por método CVD</i>	36
<i>Figura 14. Ultrasonido para la dispersión de los nanotubos de carbono</i>	37
<i>Figura 15. Microscopio Raman Renishaw inVia Qontor</i>	38
<i>Figura 16. Montaje de muestra de Ti en Raman</i>	38
<i>Figura 17. Patrón de Espectroscopia Raman del Carbono</i>	39
<i>Figura 18. Banda (D/G) medición cualitativa del carbono</i>	40
<i>Figura 19. Nanotubos de carbono matriz de Ti calcinado a 600°C sin dispersar</i>	40
<i>Figura 20. Nanotubos de carbono matriz de Ti calcinado, dispersados en 40 ml de Isopropanol, muestra montada sobre una placa de vidrio corrida desde 0 a 3000 Raman (m^{-1})</i>	41
<i>Figura 21. Nanotubos de carbono matriz de Ti calcinado a 600°C dispersados en 40 ml de Isopropanol, muestra montada sobre una placa de vidrio corrida desde 0 a 2000 Raman (m^{-1})</i>	41
<i>Figura 22. Nanotubo de carbono matriz de Ti puro dispersados por un minuto, en 40 ml de Isopropanol corrida desde 0 a 3000 Raman (m^{-1})</i>	42
<i>Figura 23. Nanotubo de carbono matriz de Ti puro dispersados por un minuto, en 40 ml de Isopropanol corrida desde 0 a 2000 Raman (m^{-1})</i>	42
<i>Figura 24. Nanotubo de carbono matriz de Ti puro sin dispersar corrida desde 1000 a 2000 Raman (m^{-1})</i>	43
<i>Figura 25. Nanotubo de carbono matriz de TiO₂ dispersados en 40 ml de Isopropanol por un minuto, corrida desde 1100 a 2000 Raman (m^{-1})</i>	43
<i>Figura 26. Microscopio Electrónico de Barrido EVO MA 10</i>	44
<i>Figura 27. a) Nanotubos dispersados de AlO₂, b) NTC's Dispersados de Ti calcinado y Ti puro consecutivamente</i>	45
<i>Figura 28. Micrografía a una magnitud de 5000x NTC's aglomerados</i>	45
<i>Figura 29. Micrografía de NTC's a una magnitud de 6830x en otra zona de la muestra</i>	46
<i>Figura 30. Micrografía de NTC's a una magnitud de 10000x</i>	46
<i>Figura 31. Micrografía de NTC's a una magnitud de 20000x</i>	47
<i>Figura 32. En la misma micrografía con una magnitud de 20000x en otra zona de la muestra se puede observar de la misma forma de aglomeración</i>	47
<i>Figura 33. Micrografía de los nanotubos de carbono con obtención de diámetro</i>	48

<i>Figura 34. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 25000x</i>	48
<i>Figura 35. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 40000x</i>	49
<i>Figura 36. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 2000x</i>	49
<i>Figura 37. Micrografías de los nanotubos de carbono a una magnitud de 5000x</i>	50
<i>Figura 38. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 10000x</i>	50
<i>Figura 39. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 1640x</i>	51
<i>Figura 40. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 4000x</i>	51
<i>Figura 41. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 5000x</i>	51
<i>Figura 42. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 10000x</i>	52
<i>Figura 43. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 10000x</i>	52
<i>Figura 44. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 10000x</i>	52
<i>Figura 45. a) Dispersión de polvos metálicos con nanotubos de carbono. b) Evaporación del Isopropanol en agitador magnético</i>	55
<i>Figura 46. Peso y tamizado del carbonato de amonio (Space Holder)</i>	56
<i>Figura 47. a) Jarros de acero inoxidable, b) Mezcla con nanotubos de carbono y carbonato de amonio como espaciador, c) Molino mezclador Retsch MM400</i>	57
<i>Figura 48. Matriz metálica, de 30 mm diámetro externo y 30 mm altura</i>	58
<i>Figura 49. Polvos mezclados colocados en vidrio reloj y matriz de acero</i>	58
<i>Figura 50. Matriz lubricada con estearato de zinc</i>	59
<i>Figura 51. Polvos metálicos mezclados vertidos al interior de la matriz en un embudo de vidrio</i>	59
<i>Figura 52. Punzón introducido para la compactación de las probetas</i>	60
<i>Figura 53. a) Carga de 430 MPa, b) máquina para ensayos universal Zwick/Roell Z030</i>	60
<i>Figura 54. Compacto en verde</i>	61
<i>Figura 55. Probeta en verde</i>	61
<i>Figura 56. Curva de temperatura para la sinterización convencional</i>	62
<i>Figura 57. Horno tubular de alta temperatura Nabertherm, Mod. RHTC 80-450/15</i>	62
<i>Figura 58. Probetas sinterizadas</i>	63
<i>Figura 59. a) Bulk de 8mm D. x 8mm L. b) Bulk 3mm D. x 8mm L. c) Espumas sin NTC's 30% espaciador de 8mm D. x 8mm L. d) 3mm D. x 8mm L. e) Espuma con NTC's 40% espaciador de 8mm D. x 8mm L</i>	64
<i>Figura 60. Microscopio óptico Olympus</i>	65
<i>Figura 61. Microscopio de emisión de campo JEOL Mod.JSM-IT300LV</i>	66
<i>Figura 62. Microscopía Óptica, Escala 5x0.10 Mp1 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	68
<i>Figura 63. Microscopía Óptica, Escala 10x0.25 Mp1 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	68
<i>Figura 64. Microscopía Óptica, Escala 20x0.40 Mp1 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	68
<i>Figura 65. Microscopía Óptica, Escala 50x0.75 Mp1 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	69
<i>Figura 66. Microscopía Óptica, Escala 5x0.10 Mp2 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	69
<i>Figura 67. Microscopía Óptica, Escala 10x0.25 Mp2 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	69
<i>Figura 68. Microscopía Óptica, Escala 20x0.40 Mp2 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	70
<i>Figura 69. Microscopía Óptica, Escala 50x0.75 Mp2 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	70
<i>Figura 70. Microscopía Óptica, Escala 5x0.10 Mp3 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	70
<i>Figura 71. Microscopía Óptica, Escala 10x0.25 Mp3 a) ZA, b) ZA1, c) ZB y d) ZC.</i>	71
<i>Figura 72. Microscopía Óptica, Escala 20x0.40 Mp3 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	71
<i>Figura 73. Microscopía Óptica, Escala 50x0.75 Mp3 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	71
<i>Figura 74. Microscopía Óptica, Escala 5x0.10 Mp4 a) ZA, b) ZB y c) ZC.</i>	72
<i>Figura 75. Microscopía Óptica, Escala 10x0.25 Mp4 a) ZA, b) ZB, c) ZB-1, d) ZC y e) ZC-1.</i>	72

<i>Figura 76. Microscopía Óptica, Escala 20x0.40 Mp4 a) ZA, b) ZA-1, b) ZB, c) ZB-1, d) ZC y e) ZC-1.</i>	73
<i>Figura 77. Microscopía Óptica, Escala 50x0.75 Mp4 a) ZA, b) ZA-1, c) ZA-2, d) ZB, e) ZB-1 y f) ZC</i>	73
<i>Figura 78. Microscopía Óptica, Escala 5x0.10 Mp5 a) ZA, b) ZB, y c) ZC.</i>	74
<i>Figura 79. Microscopía Óptica, Escala 10x0.25 Mp5 a) ZA, b) ZA-1, c) ZB, d) ZB-1 y e) ZC.</i>	74
<i>Figura 80. Microscopía Óptica, Escala 20x0.40 Mp5 a) ZA, b) ZA-1, c) ZB, y d) ZC.</i>	75
<i>Figura 81. Microscopía Óptica, Escala 50x0.75 Mp5 a) ZA, b) ZB, y c) ZC.</i>	75
<i>Figura 82. Cámara de observación MEB</i>	76
<i>Figura 83. Micrografías de muestra de Ti-13%Ta-12%Sn 0% espaciador a diferentes magnificaciones</i>	78
<i>Figura 84. Micrografías de muestra de Ti-13%Ta-12%Sn 30% espaciador a diferentes magnificaciones</i>	80
<i>Figura 85. Micrografías de muestra de Ti-13%Ta-12%Sn 40% espaciador a diferentes magnificaciones</i>	82
<i>Figura 86. EDS de la muestra de Ti-Ta-Sn con 0% espaciador sin NTC's, donde corresponde al área de los polvos donde se realizó el EDS</i>	83
<i>Figura 87. Elementos que se encuentran presentes en la muestra de Ti-Ta-Sn 0%, cada uno con un color característico y coloreado en el área donde se encuentra presente</i>	84
<i>Figura 88. EDS de la muestra de Ti-Ta-Sn con 30% espaciador sin NTC's, donde corresponde al área de los polvos donde se realizó el EDS</i>	85
<i>Figura 89. Elementos que se encuentran presentes en la muestra de Ti-Ta-Sn 30%, cada uno con un color característico y coloreado en el área donde se encuentra presente</i>	86
<i>Figura 90. EDS de la muestra de Ti-Ta-Sn con 40% espaciador sin NTC's, donde corresponde al área de los polvos donde se realizó el EDS</i>	87
<i>Figura 91. Elementos que se encuentran presentes en la muestra de Ti-Ta-Sn 40%, cada uno con un color característico y coloreado en el área donde se encuentra presente</i>	88
<i>Figura 92. Realización de la Prueba de Arquímedes</i>	89
<i>Figura 93. Probetas sumergidas en fluido (alcohol)</i>	89
<i>Figura 94. Transductores</i>	93
<i>Figura 95. a) pulsador- receptor, b) Osciloscopio digital para ultrasonido</i>	94
<i>Figura 96. Obtención de la señal pulso-eco de las probetas</i>	96
<i>Figura 97. M7P1 Indentación con una carga de 10 N</i>	101
<i>Figura 98. M7P1 Indentación con una carga de 30 N y 60 N</i>	102
<i>Figura 99. M8P1 Indentación con una carga de 10 N y 30 N</i>	102
<i>Figura 100. M8P1 Indentación con una carga de 60 N</i>	102
<i>Figura 101. M9P1 Indentación con una carga de 10 N</i>	103
<i>Figura 102. M13Al Indentación con una carga de 10N, 30N y 60N</i>	103
<i>Figura 103. M15Al Indentación con una carga de 60 N</i>	104
<i>Figura 104. M17Al Indentación con una carga de 60 N</i>	104
<i>Figura 105. Curvas de Carga -desplazamiento y resultados de espuma metálica de Ti-Ta-Sn Bulk</i>	106
<i>Figura 106. Curvas de Carga -desplazamiento y resultados de espuma metálica de Ti-Ta-Sn con espaciador 30%</i>	106
<i>Figura 107. Curvas de Carga -desplazamiento y resultados de espuma metálica de Ti-Ta-Sn con espaciador 40%</i>	106
<i>Figura 108. Curvas de Carga -desplazamiento de espuma metálica de Ti-Ta-Sn con nanotubos de carbono Bulk</i>	107
<i>Figura 109. Curvas de Carga -desplazamiento de espuma metálica de Ti-Ta-Sn con nanotubos de carbono con 30% espaciador</i>	107

<i>Figura 110. Curvas de Carga -desplazamiento de espuma metálica de Ti-Ta-Sn con nanotubos de carbono con 40% espaciador</i>	107
<i>Figura 111. a-h) Microscopia electrónica de barrido de las probetas de aleación metálica de Ti-Ta-Sn con y sin nanotubos de carbono con diferentes valores de espaciador</i>	109
<i>Figura 112. Máquina universal para ensayos de tensión Zwich Roell Z030</i>	110
<i>Figura 113. Medición de las probetas de Ti-Ta-Sn</i>	111
<i>Figura 114. Ensayo de compresión de espumas metálicas de base Titanio</i>	112
<i>Figura 115. Curvas de Fuerza-Deformación</i>	113
<i>Figura 116. Patrón de difracción de rayos X de los polvos metalicos cp de a) Ti, b) Ta y c) Sn</i>	114
<i>Figura 117. Difractogramas de rayos X espumas con 0%, 30% y 40% porosidad (con NTC's y sin NTC's)</i>	116
<i>Figura 118. Electrolito de referencia con pH 7 a 24.1°C</i>	117
<i>Figura 119. Solución Buffer pH 4 a 24.1°C</i>	117
<i>Figura 120. Medición de a) temperatura ambiente y b) temperatura corporal</i>	118
<i>Figura 121. Curvas de Tafel de Muestra Ti-Ta-Sn con y sin NTC's en solución Hank's</i>	122
<i>Figura 122. Graficas Nyquist Muestra Ti-Ta-Sn con y sin NTC's en solución Hank's</i>	123
<i>Figura 123. Gráficas de Bode de Ti-Ta-Sn Impedancia vs Frecuencia vs Theta</i>	123
<i>Figura 124. Gráficas de Bode de aleación Ti-Ta-Sn Impedancia vs Frecuencia</i>	124
<i>Figura 125. Microscopia electrónica de Barrido Solución Hank's</i>	125
<i>Figura 126. EDS Solución Hank's</i>	127
<i>Figura 127. Curvas de tafel Solución Salival</i>	128
<i>Figura 128. Curvas de Impedancia de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's en solución Salival</i>	129
<i>Figura 129. Graficas de Bode de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's en solución Salival</i>	130
<i>Figura 130. Grafica de Bode solución Salival</i>	130
<i>Figura 131. Imágenes MEB a diferente magnificación de las muestras de Ti-Ta-Sn en solución Salival</i>	131
<i>Figura 132. Análisis EDS de Ti-Ta-Sn en Solución Salival</i>	132
<i>Figura 133. Precursores para la generación de los Nanotubos de carbono</i>	141
<i>Figura 134. Polvos Metálicos para la generación de las probetas</i>	142

RESUMEN

En el presente trabajo se desarrolló la síntesis y caracterización de una espuma metálica de Ti-Ta-Sn sin y con nanotubos de carbono, se analizó el efecto que tienen los nanotubos de carbono en la aleación obtenida por mezcla mecánica con diferentes porosidades (0, 30 y 40% wt). La síntesis de los nanotubos de carbono se realizó mediante, el método de Deposición Química del Vapor (CVD) por sus siglas en inglés. La sinterización de la espuma de aleación Ti-Ta-Sn se realizó un tratamiento térmico en un horno convencional programado una curva de temperatura para cada caso.

Las aleaciones se caracterizaron mediante densidad, difracción de rayos X (DRX), microscopia electrónica de barrido (MEB), espectroscopia de energía dispersiva (EDS), Se realizó pruebas Mecánicas destructivas y no destructivas (Nanoindentación, microdureza, ultrasonido y compresión). Finalmente, las aleaciones fueron sometidas a corrosión por el método electroquímico sumergidas en solución Hank's y Solución Salival.

Los resultados de densidad en las espumas de aleación Ti-Ta-Sn los valores que se obtuvieron entre 4.56 y 6.17 g/cm³ por lo que se encuentran un poco elevado referente al hueso humano, pero cuenta con excelentes propiedades para aplicaciones biomédicas. En DRX se observó en todos los casos aleaciones de Ti con sus elementos estabilizadores, formando fases Ti-β (CCC). Los resultados de MEB se observa los elementos aleados con diferentes tonalidades de escala a grises y una solidificación sólida. En los resultados de EDS y mapeos, se identifican de manera cualitativa una mezcla homogénea por lo que garantiza una excelente propagación de los elementos, en las pruebas mecánicas de Nanoindentación la porosidad de las muestras no permitió dar lectura a 3 de ellas, las otras 3 las muestras los valores obtenidos la espuma con porosidad de 30% se aproximó al módulo elástico óseo. Los resultados de microdureza Vicker's se realizó una serie

de 3 indentaciones por muestra con cargas de 10, 30 y 60 Newtons los valores obtenidos están dentro de los valores del hueso cortical humano de 0.4176 al 2.2 GPa. Para el ensayo no destructivo del módulo elástico por el método de ultrasonido las lecturas fueron de 60.68 a 182.78 GPa. En el ensayo de compresión los valores fueron de 63.8 a 218 Mpa con un desplazamiento aproximadamente de 0.3 mm. Finalmente la medula espinal del presente trabajo es el ensayo electroquímico de corrosión, la sustancia acuosa fue solución Hank's y solución salival, los óxidos formados en ambos casos actuaron como recubrimiento en la muestra, debido a estos resultados se logró una excelente resistencia a la corrosión. Podemos señalar que en la mayoría de los resultados obtenidos en la caracterización de la aleación metálicas de Ti-Ta-Sn con y sin nanotubos de carbono es un excelente candidato para las aplicaciones de biomédicas.

PALABRAS CLAVE

Mezcla Mecánica, Nanotubos de Carbono, Espuma Metálica, Ti-Ta-Sn, Corrosión, Tafel, EIS, LPR

ABSTRACT

In the present work, the synthesis and characterization of a metallic foam of Ti-Ta-Sn without and with carbon nanotubes was developed, the effect that carbon nanotubes have on the alloy, obtained by mechanical mixing with different porosities (0 , 30 and 40% wt). The synthesis of carbon nanotubes was carried out using the Chemical Vapor Deposition (CVD) method. temperature curve for each case.

The alloys were characterized by density, X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), destructive and non-destructive mechanical tests (Nanoindentation, microhardness, ultrasound and compression). Finally, the alloys were subjected to corrosion by the electrochemical method submerged in Hank's solution and Saliva Solution.

The density results in the Ti-Ta-Sn alloy foams obtained values between 4.56 and 6.17 g/cm³, which is why they are a little high compared to human bone, but they have excellent properties for biomedical applications. In XRD, Ti alloys with their stabilizing elements were observed in all cases, forming Ti- β (FCC) phases. The MEB results show the alloyed elements with different shades of gray scale and a solid solidification. In the results of EDS and mapping, a homogeneous mixture is qualitatively identified, which guarantees an excellent propagation of the elements, in the mechanical tests of nanoindentation the porosity of the samples did not allow to read 3 of them, the other 3 the samples the values obtained the foam with porosity of 30% approached the bone elastic modulus. The results of Vicker's microhardness were performed in a series of 3 indentations per sample with loads of 10, 30 and 60 Newtons, the values obtained are within the values of human cortical bone from 0.4176 to 2.2 GPa. For the non-destructive test of the elastic modulus by the ultrasound method, the readings were from 60.68 to 182.78 GPa. In the compression test, the values were from 63.8 to 218 MPa with a displacement of approximately 0.3 mm. Finally, the spinal cord of this work is the electrochemical corrosion test, the

aqueous substance was Hank's solution and salivary solution, the oxides formed in both cases acted as a coating on the sample, due to these results an excellent resistance to corrosion was achieved. We can point out that in most of the results obtained in the characterization of the metallic alloy of Ti-Ta-Sn with and without carbon nanotubes, it is an excellent candidate for biomedical applications.

KEYWORDS

Mechanical Mixing, Carbon Nanotubes, Metallic Foam, Ti-Ta-Sn, Corrosion, Tafel, EIS, LPR.

1. INTRODUCCIÓN

Un biomaterial, es un material diseñado y fabricado para formar un dispositivo con el objeto de interactuar satisfactoriamente con un medio biológico, principalmente del cuerpo humano. Esto abarca desde hilos para suturas en intervenciones quirúrgicas hasta materiales empleados, como prótesis e implantes, en ortopedia, traumatología y odontología. Una prótesis es un aparato o dispositivo diseñado y fabricado con la finalidad de sustituir total o parcialmente a un órgano del cuerpo humano, el cual falta, o no funciona apropiadamente, por un accidente, una enfermedad o por razones congénitas. Las prótesis pueden ser fijas o removibles.

Un implante es un material biológico inerte, absorbible o no, o un dispositivo que se coloca en alguna parte del cuerpo para ayudar a la recuperación de un tejido o un órgano, o por razones estéticas, sin ocasionar daños colaterales. Los implantes pueden ser temporales o permanentes, esto es una vez recuperado el tejido deben retirarse o bien dejarse si son biodegradables y absorbibles por el cuerpo humano sin daños colaterales. Cuando las lesiones del tejido óseo son pequeñas, el cuerpo humano puede autor repararse. Esta reparación recibe el nombre de osteogénesis, aunque el término se refiere, en general, al proceso de formación del esqueleto mediante la formación del osteoblasto, que es la célula productora de sustancia ósea. Una vez hecha la reparación, el osteoblasto da paso al osteocito que es la célula del hueso plenamente desarrollado.

Sin embargo, lesiones serias del tejido óseo necesitan ayuda externa para su completa recuperación. La intervención quirúrgica que permite la fijación mecánica de los fragmentos óseos de una fractura, por medio de una pieza hecha de un biomaterial, se llama osteosíntesis. Las mejoras tecnológicas y médicas actuales han generado un notorio aumento en la expectativa de vida en la población mexicana (de 34 a 77 años en el periodo 1930-2014), el que ha propiciado el aumento de enfermedades degenerativas y el uso de implantes médicos.

Adicionalmente la realidad mexicana indica que gran parte de los materiales usados para implantes y prótesis médicos son importados a elevados costos. Motivados por estos antecedentes el presente trabajo busca generar conocimiento en la síntesis de biomateriales resistentes a la corrosión para aplicaciones en implantes médicos. La presente propuesta tiene por objetivo estudiar las propiedades mecánicas y corrosivas en espumas de aleación con aditivos de nanotubos de carbono en la espuma metálica 75%Ti-13%Ta-12%Sn.

1.1 ANTECEDENTES

Las mejoras tecnológicas y médicas actuales han generado un notorio aumento en la expectativa de vida en la población mexicana (de 34 a 77 años en el periodo 1930-2014), el que ha propiciado el aumento de enfermedades degenerativas y el uso de implantes médicos. Los materiales que constituyen los implantes pueden ser seriamente dañados a raíz de un fenómeno conocido como corrosión, que se genera por la interacción indeseada de los metales con sistemas biológicos. Adicionalmente la realidad mexicana indica que gran parte de los materiales usados para implantes y prótesis médicos son importados a elevados costos.

Este proyecto reúne a científicos e ingenieros de México y Chile para colaborar y contribuir en la formación de un grupo de investigación enfocado en la problemática de la corrosión de implantes médicos. Este esfuerzo está en sincronía con una transformación en curso dentro de la sociedad mexicana y chilena hacia una economía basada en la innovación. Motivados por estos antecedentes el presente proyecto busca generar conocimiento en la síntesis de biomateriales resistentes a la corrosión para aplicaciones en implantes médicos. La complejidad del fenómeno de corrosión requiere de los esfuerzos coordinados de investigadores de distintas disciplinas.

El equipo multidisciplinario de investigación involucrado en esta propuesta está formado por miembros de diversas instituciones mexicanas como la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, además de la institución Chilena Universidad Técnica Federico Santa María. La presente propuesta tiene por objetivo estudiar el efecto de la adición de nanotubos de carbón sobre las propiedades mecánicas y anticorrosivas en espumas de aleación 75%Ti-13%Ta-12%Sn, que poseen potencial para usos en implantes médicos.

1.1.1 Espumas metálicas de aleación base Titanio

La aplicación de implantes en México ha incrementado descomunalmente, por ello el uso de diferentes materiales metálicos o cerámicos con aplicación biomédica son utilizados. [1] El desarrollo biomédico y tecnológico ha incrementado la esperanza de vida de los seres humanos propiciando el aumento de enfermedades degenerativas a los huesos. [1] reportaron que alrededor del 90% de la población sobre 40 años de edad sufre algún tipo de enfermedad de los huesos, lo que ha generado una creciente necesidad por desarrollar implantes médicos de alto rendimiento. Una solución a esta problemática la han brindado los biomateriales artificiales por su excelente biocompatibilidad y notables propiedades mecánicas.

Los materiales más usados hoy en día son el Ti y sus aleaciones, por sus excelentes propiedades anticorrosivas y su alta biocompatibilidad [2]. Sin embargo, estos materiales presentan una importante desventaja; el valor de su módulo elástico está alrededor de 110 GPa [3], cifra superior a la presentada por los huesos humanos (entre 2 a 30 GPa) [4]. Esta diferencia es relevante debido a que si se coloca un implante más rígido en contacto con el hueso se produce un fenómeno denominado “apantallamiento de tensiones” que provoca la debilitación y pérdida del hueso humano. Estudios recientes han mostrado que el módulo elástico se puede controlar variando la naturaleza del enlace atómico del metal o la aleación [5].

Algunos métodos que se usan actualmente para modificar el módulo elástico son: i) formación de solución sólida, ii) síntesis de materiales compuestos y iii) síntesis de espumas, siendo este último método el más utilizado por varios investigadores ya que permite variar el tamaño y la fracción del volumen de los poros [5], [6], [7], [8]. En la última década las espumas metálicas se han prosperado en una amplia gama de aplicaciones por sus excelentes propiedades. Se sabe que los metales se caracterizan por sus propiedades mecánicas, por otro lado, las espumas tienen baja densidad y son ligeras. Estas características y propiedades ha caracterizado a las espumas metálicas como un material ejemplar en biomateriales [9].

Los métodos de producción de espumas metálicas están clasificados en cuatro grupos (i) metalurgia líquida, (ii) espuma de estado sólido a través de metalurgia de polvos (iii) inyección de gas en metal líquido y (iv) calentado y sinterizado de polvo de metales. [10]. Las espumas de Ti y base titanio han ganado gran interés para su uso en aplicaciones biomédicas como reemplazos de huesos, ingeniería de tejidos y como implantes biocompatibles, debido a que poseen una estructura celular abierta que permite el crecimiento interno de nuevos tejidos del hueso y transporte de fluidos corporales [11]. Investigaciones recientes han mostrado que para la producción de espumas la técnica de metalurgia de polvos utilizando un espaciador temporal de NaCl el cual es muy económico ha sido la más eficiente ya que permite ajustar la fracción de porosidad, forma, tamaño y distribución del poro [12].

Estudios recientes han mostrado que las espumas base titanio presentan más alta resistencia a la corrosión que las espumas de Ti solamente, debido al enriquecimiento de Ti y otros elementos de aleación que no son tóxicos para el cuerpo humano como el Nb, Ta, Zr, Ni, etc., lo que presenta una buena bio-actividad y un gran potencial para aplicaciones biomédicas [13].

1.1.2 Nanotubos de carbono

En el mundo de lo “nano” encontramos diversos materiales exóticos en base a carbono como lo son el grafeno, el óxido de grafeno y los nanotubos de carbono, que ya han mostrado variadas aplicaciones en electrónica, óptica e informática, aplicaciones estructurales y funcionales entre otros muchos campos, debido a su alta resistencia (arriba de 100 GPa), alto módulo de Young (~1 TPa) y peso ligero (~2g/cm³), excelente estabilidad química y térmica [14-21]. Los estudios de los nanotubos de carbono de pared simple o múltiple, se han utilizado para el reforzamiento de la matriz como fibras de refuerzo de diferentes metales y materiales para aumentar sus propiedades mecánicas desde los años 1991 [22] y aumentar su ligereza [23-26]. Siendo los nanotubos de pared múltiple los que han llamado más la atención y son los que incrementan de manera sustantiva las propiedades mecánicas, eléctricas y a la corrosión [27,28].

1.1.2.1 Métodos de fabricación de Nanotubos de carbón

Existen varios métodos para la fabricación de nanotubos de carbón (i) hilado de una isotropa de una suspensión líquida cristalina de nanotubos, en un proceso similar usado para fibras poliméricas como la aramida (ii) Hilado de nanotubos de multipared crecidos previamente sobre un substrato alfombras semialineadas (iii) deposición de vapor química CVD (iv) método de evaporación por arco, metalurgia de polvos de hojuelas,(v) sinterizado por plasma, (vi) rociado electrostático, siendo el método más utilizado para la fabricación de nanotubos de carbono por su alta razón calidad-costo el de deposición de vapor química (CVD), mejorando grandemente la unión entre las paredes del nanotubo permitiendo realzar la resistencia y produciendo nanocompositos ligeros para una nueva generación de materiales.

Sin embargo, existe un importante problema que aún permanece sin explorar por este tipo de aplicaciones; la corrosión. La corrosión inducida por microorganismos, o biocorrosión, es el deterioro de un material debido a su interacción con microorganismos y representa costos de cientos de millones de dólares en países de todo el mundo [29-31]. Las bacterias naturalmente forman películas (biofilms) para mejorar su resistencia a posibles ataques ambientales. Estos biofilms pueden encontrarse en un amplio rango de ambientes, incluso en fluidos fisiológicos. De esta forma la biocorrosión también se observa en materiales que constituyen implantes y prótesis médicas [32-33], generando la liberación de iones metálicos al organismo (lo que causa inflamación y dolor) y produciendo el desgaste acelerado del material. Estudios recientes muestran que el uso de nanomateriales como grafeno y nanotubos de carbono permite reducir considerablemente la interacción biológica que genera la corrosión de metales [34,35] y la fuerte actividad bactericida de los nanotubos de carbono [36] podría utilizarse para prevenir la formación de películas de microorganismos precursoras de la corrosión.

1.2 JUSTIFICACIÓN

El desarrollo de materiales apropiados de alta longevidad y excelente biocompatibilidad es altamente necesario y esencial. Los metales y sus aleaciones han sido ampliamente usados como materiales biomédicos, de hecho, se estima que entre un 70 a 80% de los implantes biomédicos están hechos de materiales metálicos [37]. Estos materiales no sólo se utilizan para fabricar implantes ortopédicos, sino también en la producción de aparatos cardiovasculares, empastes dentales, entre otros [38]. El aumento del uso de aleaciones de titanio (Ti) como biomateriales en dispositivos se está produciendo debido a su mayor biocompatibilidad y resistencia a la corrosión mejorada. Entre estos dispositivos se encuentran componentes para rodillas y caderas artificiales (implantes óseos), junto con implantes dentales y dispositivos quirúrgicos [39]. El Ti es un elemento el cual posee transformación alotrópica, es decir, posee 2 estructuras cristalinas, una fase α (hcp) a temperatura ambiente y una fase β (bcc) a una temperatura sobre 823oC [40, 41]. La mayoría de los esfuerzos se han puesto en estudiar las aleaciones base Ti del tipo β , cuyo módulo de elasticidad es más bajo y cercano al valor del hueso cortical [38]. La fase β no es estable a temperatura ambiente por ello se deben adicionar elementos que estabilicen esa fase. Entre los elementos estabilizadores de la fase beta se encuentra el vanadio, molibdeno, niobio, tantalio, zirconio, manganeso y estaño.

1.3 HIPÓTESIS

La Mezcla Mecánica (MM) sintetizará nuevas fases cristalinas, cuasi-cristalinas e inclusive zonas amorfas, generando una dispersión homogénea de partículas finas de segunda fase y un refinamiento de granos a tamaños nanométricos, lo que será beneficioso para incrementar las propiedades mecánicas y corrosivas, así como un aumento en los límites de solubilidad en las espumas base Ti. Además de que la adición de nanotubos de carbón y la formación de nitruros nanométricos en la superficie con los elementos de aleación, mejoraran la razón entre propiedades

mecánicas y desempeño corrosivo de espumas metálicas en base a Ti, debido a sus altas propiedades mecánicas y su gran estabilidad química.

1.4 OBJETIVOS

1.4.1 OBJETIVO GENERAL

Estudiar el efecto de la adición de nanotubos de carbón sobre propiedades mecánicas y corrosivas de espumas de aleación 75%Ti-13%Ta-12%Sn para aplicaciones biomédicas.

1.4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Optimizar el proceso de fabricación de aleaciones de Ti.
- Establecer el porcentaje mínimo masa y volumen de nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNTs) que se incorporará y homogenizará a la matriz de 75%Ti-13%Ta-12%Sn considerando los esfuerzos presentes.
- Determinar las condiciones óptimas de dispersión y el medio dispersante óptimo para los MWCNTs en la matriz de 75%Ti-13%Ta-12%Sn. Así como el proceso de fabricación de compactos y espumas de 75%Ti-13%Ta-12%Sn. con y sin MWCNTs.
- Analizar el efecto de porosidad sobre el módulo de elasticidad en las espumas 75%Ti-13%Ta-12%Sn.
- Evaluar comparativamente el comportamiento mecánico y resistencia a la corrosión de los compactos de 75%Ti-13%Ta-12%Sn. con y sin MWCNTs.
- Determinar las diferencias en morfología y microestructura de las espumas de 75%Ti-13%Ta-12%Sn. con y sin MWCNTs.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Pulvimetalurgia

La pulvimetalurgia (PM) o metalurgia de polvos es un proceso de fabricación básico, se requiere de los polvos metálicos a compactar, mezclado de polvos, compactación y sinterización. Esto se lleva a cabo en un molde mediante una presión unidireccional de 200 a 1500 MPa, el resultado es una pieza “en verde” adquiriendo ciertas propiedades mecánicas con características especiales. La ventaja de este proceso es la facilidad de fabricación de piezas con una alta calidad y un costo relativamente bajo [41]. En la pulvimetalurgia los elementos aleados se pueden controlar por el tamaño de grano lo cual influye en la porosidad y permeabilidad, esto permite obtener una mayor homogeneidad, logrando un fuerte enlace entre las partículas, incrementando su dureza y tenacidad [42].

La figura 1 muestra el proceso general básico de fabricación por pulvimetalurgia. Comienza con la mezcla de polvos metálicos, esto pueden llevar aditivos o lubricantes, estos se vierten en un molde la cual es compactada el cual tiene la forma deseada, se aplica una presión de 200 a 500 MPa, se extrae la pieza denominada “en verde” tomando la forma de bulk. Consecutivamente, la muestra es sinterizada bajo una curva de temperatura antes de llegar a su punto de fusión, bajo una atmosfera controlada (argón 99.9% de pureza), obteniendo una unión entre partículas mediante metalurgia de polvos [43].

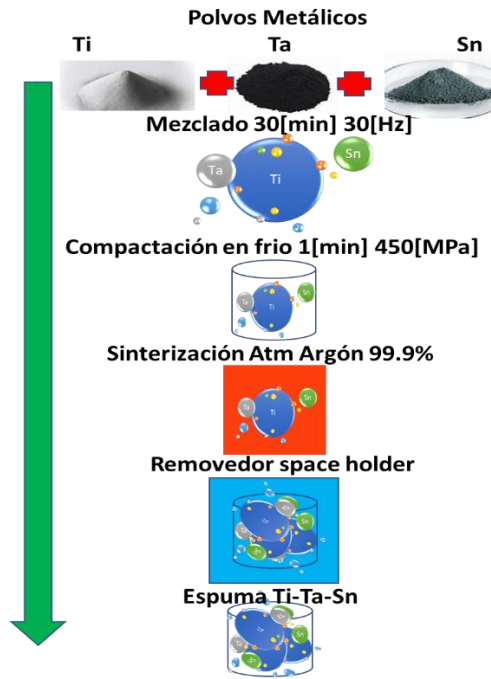


Figura 1. Pasos generales de proceso metalurgia de polvos

Anteriormente se mencionó que la ventaja de usar este método es el aprovechamiento de los materiales con un nivel específico de porosidad, lo cual deja poco desperdicio de material. Algunas de las desventajas es que presenta variaciones de densidad, el costo de los polvos es muy elevado, su manipulación y almacenaje [44]. Sabemos que una de sus características de las espumas metálicas son la baja densidad que poseen, absorción de energía al impacto, permeabilidad a diferentes fluidos, propiedades acústicas, por lo que su uso es considerado ya en la industria, teniendo una amplia gama de aplicaciones y comercialmente en la industria del transporte, aeroespacial, de la construcción, eléctrica, etc [45].

2.2. Titanio

El titanio es el noveno elemento más abundante en la corteza terrestre y el cuarto metal estructural más abundante, se encuentra dentro del grupo de transición, algunas características importantes de este elemento alotrópico, es su alta resistencia, esto se debe a sus diferentes arreglos cristalinos y rangos de

temperatura. La tabla 1 muestra las propiedades físicas y mecánicas del titanio puro. El titanio tiene la resistencia de los aceros aleados y la densidad del aluminio. Las propiedades que destacan son: dureza, conductor de electricidad conductividad térmica, fusión (1668°C) y punto de ebullición 3287°C [46].

Tabla 1. Propiedades físicas y mecánicas del titanio puro [46].

Propiedades	Valores	
Densidad, g/cm ³ (lb/in ³)	4.51	(0.163)
Temperatura de fusión, °C (°F)	1660	(3020)
Calor específico, cal/g * °C (J/kg * K)	519	(0.124)
Conductividad térmica, Btu * Ft ² /ft * h * °F		~9
Módulo de tensión, X10 ³ MPa (X10 ⁶ psi)	~101	(~14.7)
Módulo de compresión, X10 ³ MPa (X10 ⁶ psi)	~103	(~15)
Módulo de corte, X10 ³ MPa (X10 ⁶ psi)	~44	(~6.4)
Resistencia a la tracción, MPa (ksi)	240	(35)
Límite elástico a la tensión (0.2%), MPa (ksi)	170	(25)
Límite elástico de compresión (0.2%), MPa (ksi)	170	(25)
Resistencia a la fluencia (315 °C o 600 °F, 10 h, 0.2 %), MPa (X10 ³ psi)	<83	(<12)
Resistencia a la ruptura (315 °C o 600 °F, 1000 h), MPa (X10 ³ psi)	<69	(<10)
Dureza (1500 kg load) HB		~65

Las aplicaciones del titanio son la industria automotriz, deportiva, medicina y la más importante y donde se ha destacado en la industria aeroespacial. El titanio presenta dos estructuras cristalinas: (hcp) hexagonal compacta (fase- α) y (bcc) cúbica

centrada en el cuerpo (fase- β). Estas fases permiten al titanio someterse a una transformación reversible (ver figura 2); a temperatura ambiente tiende a ser categorizado como fase α hasta los 885°C (1625 °F), cuando supera esta temperatura se transforma a fase β [46].

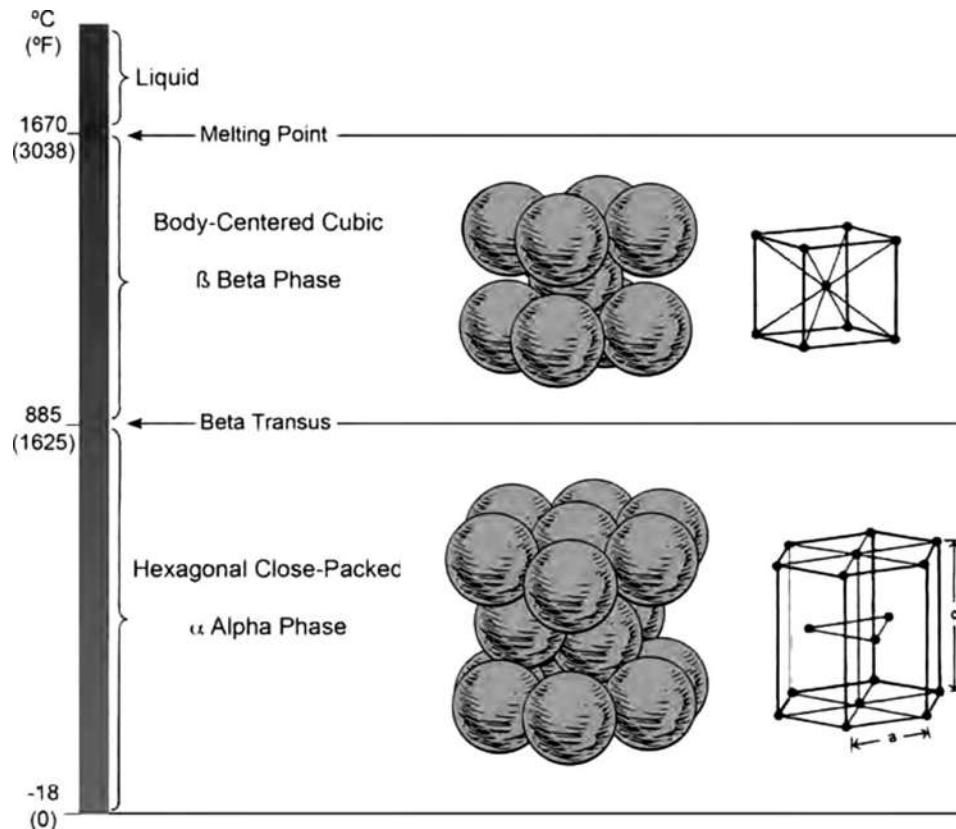


Figura 2. Transformación de estructura fase α a fase β [46]

Ambas estructuras le otorgan diferentes propiedades al titanio, un ejemplo de ello es la densidad (ver Figura 2.2), donde el volumen aumenta a medida que la fase alfa hcp se transforma en beta bcc a 885°C siendo menor en el caso de una estructura bcc [46].

En la figura 3, se observa el ejemplo de la densidad, donde el volumen aumenta a medida que la fase hcp se transforma en una fase beta bcc siendo menor en este caso. La adición de otros elementos puede producir microestructuras en aleaciones

titanio. Al añadir otros elementos al titanio podemos adquirir aleaciones alfa (α), aleaciones alfa-beta (α - β) y aleaciones beta (β). Estos grupos básicos de aleación están definidos por las fases predominantes en su microestructura cerca a la temperatura ambiente. En la Figura 3 se muestra los estabilizadores α y estabilizadores β [47][48].

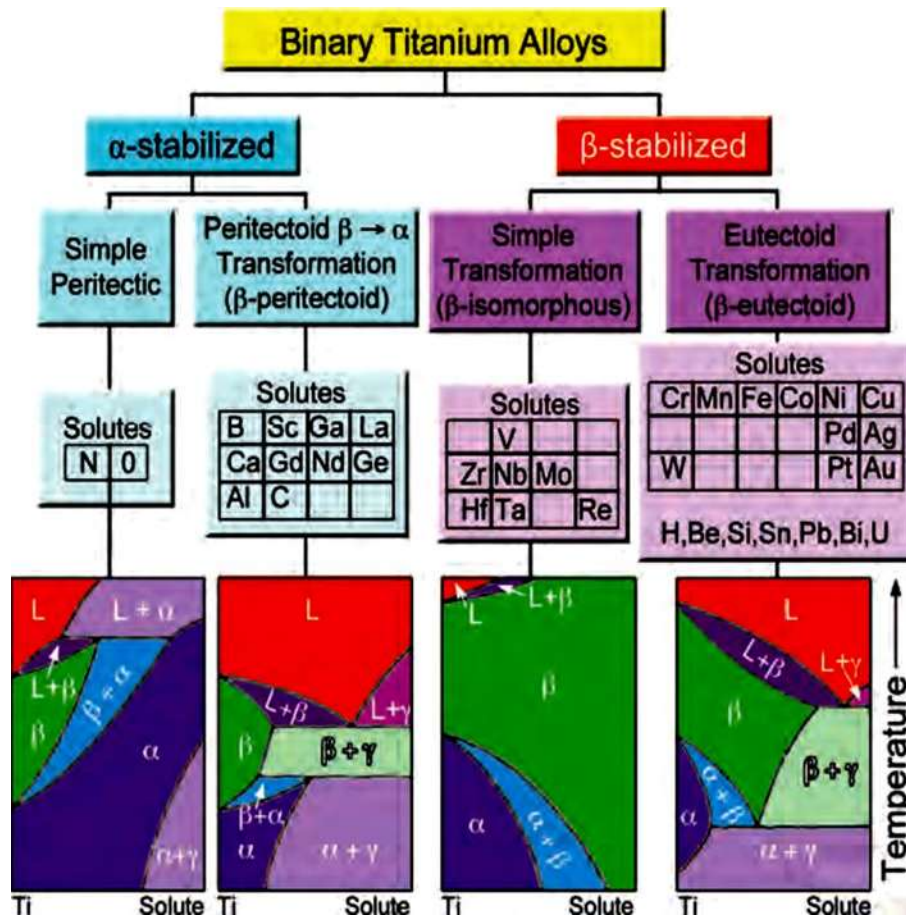


Figura 3. Clasificación de las aleaciones de titanio [46].

Los estabilizadores fase alfa estabilizan temperaturas más altas, los estabilizadores fase beta estabilizan temperaturas más bajas y los aditivos neutros tienen una influencia menor en la estabilización de estas fases. Los estabilizadores de la fase β de transformación simple isomorfa, tales como Nb, Ta, Zr, W, Si, Mo, Mn, mezclados con el titanio son biocompatibles [49][50]. Se busca que el valor del

módulo elástico sea similar al del hueso humano (1–30 GPa), para no afectar al hueso humano y se produzca un efecto llamado apantallamiento de tensiones [1], lo cual promueve la reabsorción del hueso alrededor del implante [51]. Las aleaciones de Ti- α presentan una alta resistencia a la corrosión, sin embargo, están limitadas por su resistencia a bajas temperaturas. Por el contrario, las aleaciones $\alpha + \beta$ presentan mayor resistencia, debido a la presencia de la fase β . Siendo las aleaciones de fase β , las que presentan características de bajo módulo elástico y resistencia a la corrosión [52].

Las aleaciones Ti-Ta han atraído un gran interés, debido a su buena combinación de alta resistencia, bajo módulo de elasticidad y alta resistencia a la corrosión comparada con la aleación pura de Ti [53]. Por otra parte, el Sn es un elemento de bajo costo, y que se ha demostrado que no es un elemento tóxico, ni alérgico, y que mejora las propiedades mecánicas debido a su gran solubilidad en aleaciones.

2.2 Propiedades de los Biomateriales

Un biomaterial para ser clasificado como biocompatible en bioingeniería debe tener ciertas propiedades: El módulo elástico lo más similar al del hueso humano (1-30 GPa), buena resistencia a la corrosión y al desgaste, excelente biocompatibilidad, con un alto grado de oseointegración.

La mayoría de las investigaciones se centran en la obtención de aleaciones que tengan un módulo lo más parecido al del hueso humano con microestructura totalmente β , o en su defecto, con pequeñas cantidades de fase α . En la figura 4 se muestra el módulo elástico de algunas aleaciones de Ti con estructura $\alpha+\beta$ y β , así como una combinación de aceros [54]. En la actualidad las aleaciones, con las propiedades más próximas a las del hueso humano son las de tipo β , éstas son utilizadas en el área de ortodoncia y como implantes médicos [55-59]. Nuevos estudios han demostrado que las aleaciones Ti- β , debido a su combinación de

propiedades mecánicas obtienen [52], un bajo módulo elástico [60], alta resistencia a la corrosión y excelente biocompatibilidad [61,64], lo cual es totalmente apta para el uso de implantes médicos [65].

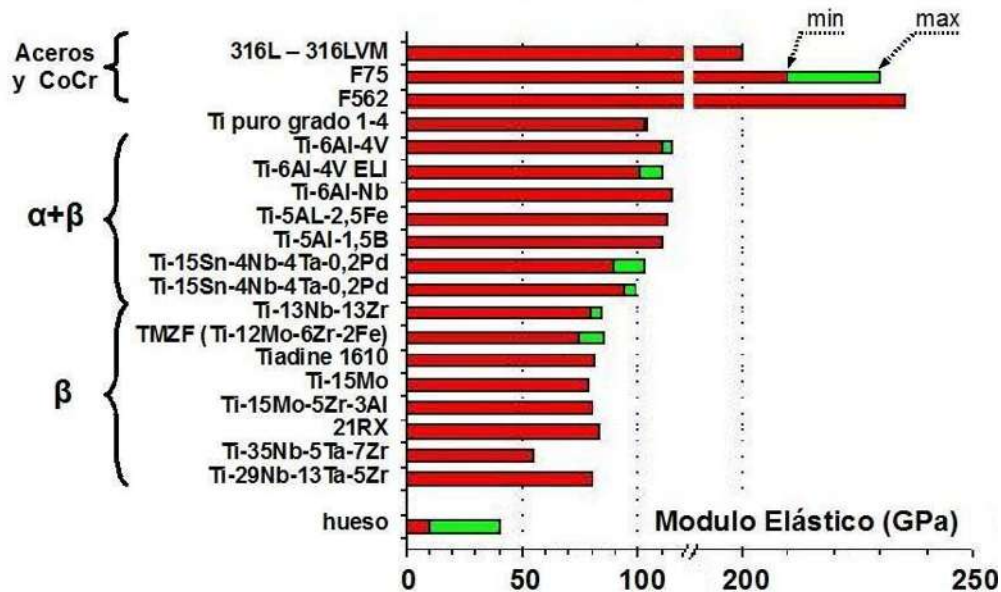


Figura 4. Comparación de las propiedades mecánicas de algunas aleaciones de biomateriales metálicos [54].

2.3 Biomateriales

La definición de un biomaterial por el Instituto Nacional Americano de Salud la cual describe como cualquier sustancia o combinación de sustancias, diferentes a los medicamentos, ya sean sintéticos, o de origen natural (origen animal o humano), que puede ser empleado en medios biológicos, para reemplazar o incrementar parcial o totalmente la función de algún tejido, órgano o función del cuerpo humano. Descartando a sistemas de ortodoncia o instrumentos quirúrgicos [67].

El primer biomaterial empleado fue el oro para reemplazar defectos craneales, empleado por egipcios y romanos, también materiales biológicos como la placenta tomo lugar dentro de los biomateriales empleados en humanos [66], siendo el polimetil metacrilato el primer polímero aceptado para la elaboración de prótesis modernas en la segunda guerra mundial [67].

2.4 Nanodureza

La medición de la Nanodureza y el módulo de Young, se llevará a cabo mediante las normas según DIN EN ISO 14577-1 y ASTM E 2546, en un sistema de Nanoindentación Fischerscope HM2000, figura 5. El equipo determina distintas propiedades plásticas y elásticas como la dureza de indentación (convertible en dureza Vickers), módulo de indentación, arrastre, medición y cálculo de parámetros de material, Cuenta con un software de alta precisión WIN-HCU que obtiene graficas de fuerza-desplazamiento, carga crítica y la obtención de datos de dureza y módulo de Young. Los indentadores Vickers, Berkovich o bola de carburo. para realizar pruebas de Nanoindentación, nano-desgaste y nano-rayados a diferentes cargas (cargamáxima12000 μ m), y por medio de una gran gama de geometrías de indentadores para diferentes tipos de materiales (cerámicos, metálicos y compuestos). Las profundidades máximas de las indentaciones serán 100 nm y 200nm.



Figura 5. Nanoindentador Fischerscope HM 2000

La Nanoindentación es una técnica para la caracterización del comportamiento mecánico de materiales ingenieriles, ha surgido como una técnica para el estudio de materiales biológicos. La técnica tiene su origen en la escala de la dureza de Mohs' de 1822, dónde el material más duro es el diamante con un valor de 10 en la escala. El procedimiento de una prueba de Nanoindentación, una probeta es presionada dentro de la superficie del material, y la carga y el desplazamiento son monitoreados durante el ciclo de contacto carga-descarga. En pruebas de indentación convencional, el área de contacto es calculada directamente de la medida de las dimensiones de la impresión residual dejada en la superficie del espécimen después de remover la carga. En pruebas de Nanoindentación, el tamaño de la impresión residual es del orden de micras o más pequeña, para ser convenientemente medida directamente. Por esto, el área de contacto se determina midiendo la profundidad de penetración del indentador dentro de la superficie del espécimen. Así, conociendo la geometría del indentador, nos da una medida indirecta del área de contacto al aplicar la carga. La técnica de Nanoindentación nos permite conocer la dureza, módulo elástico, propiedades visco elásticas, tenacidad a la fractura (para materiales frágiles), esta técnica es considerada un método de prueba no destructivo y ha sido considerada con mucho interés recientemente para la caracterización mecánica para películas delgadas, y pequeños volúmenes de material usando pruebas de indentación profundidad-desplazamiento con indentadores, esféricos y piramidales. El procedimiento de prueba para indentadores esféricos y piramidales, generalmente envuelve una secuencia de carga elástica-plástica seguida de una descarga. Las fuerzas usadas generalmente son del orden de los miliNewton (10^{-9}). Las profundidades de penetración son del orden de las micras con una resolución menor a un nanómetro (10^{-9} m), es importante conocer que la dureza no es una propiedad del material independiente, sino que depende directamente del módulo elástico [68], como se observa en la (figura 10).

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se explicará el procedimiento que se llevó a cabo para la obtención de las espumas de titanio de la aleación a desarrollar. Se detallará los materiales y equipo que se utilizaron para su desarrollo.

3.1 Características de Materiales, equipos y desarrollo experimental de Nanotubos de Carbono

3.1.1 Elaboración de nanotubos

En la figura 6 se muestra el pesaje de los elementos para la realización de los nanotubos de carbono en una relación de 10:12:4 de a) Alúmina, b) Cobalto, c) Hierro se realizó por separado en una balanza analítica 220gr/precisión de 0.0001gr BAS-31 PLUS Boeco, Determina la masa en un rango de 0,1 [miligramos] con gran precisión. Por medio de la protección contra el viento del envío se reducen al mínimo las influencias externas sobre la balanza, por ejemplo, el aire de la respiración. La carcasa de metal fundido le proporciona solidez y seguridad.

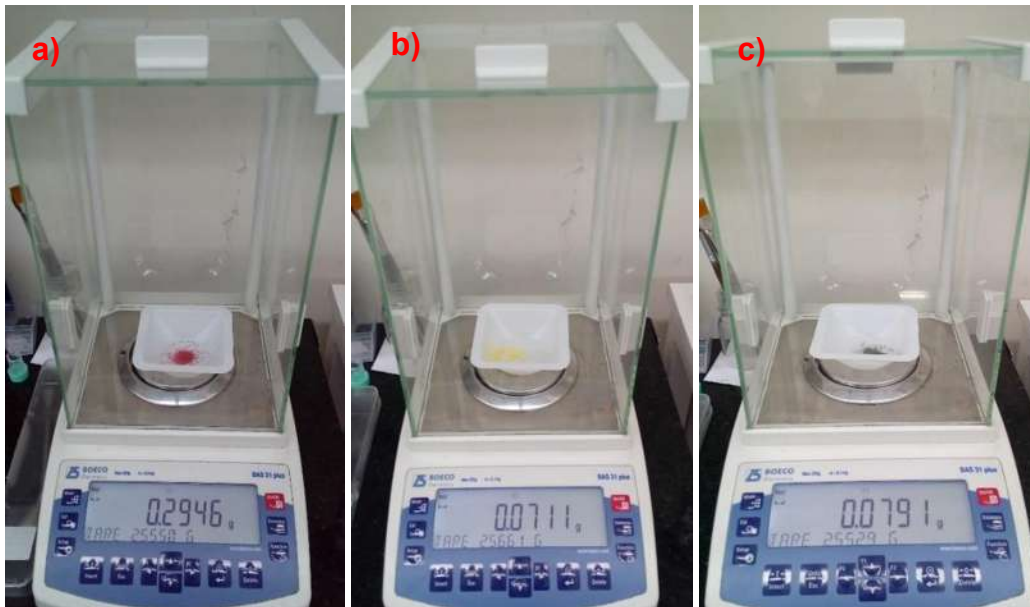


Figura 6. Peso de los elementos para reproducción los nanotubos de carbono

Los polvos después de pesar se colocaron en un mortero de ágata con pistilo de 100mm de diámetro para macerar los elementos a sinterizar para la obtención del catalizador, ver figura 7. $\text{AlO}_2\text{-Co-Fe}$, $\text{TiO}_2\text{-Co-Fe}$, Ti puro–Co-Fe, Ti calcinado- Co-Fe. Los polvos después de pesar se colocaron en un mortero de ágata con pistilo de 100mm de diámetro para macerar los elementos a sinterizar para la obtención del catalizador, ver figura 7. $\text{AlO}_2\text{-Co-Fe}$, $\text{TiO}_2\text{-Co-Fe}$, Ti puro–Co-Fe, Ti calcinado- Co-Fe.

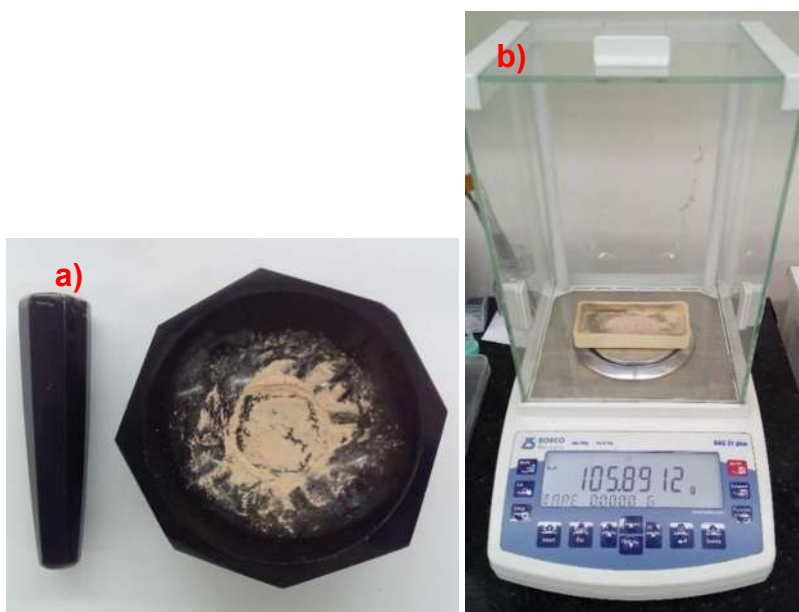


Figura 7. a) Mortero de ágata con pistilo y b) Peso de los elementos macerados en crisol de alúmina

La ver figura 8 a) para calcinar los precursores empleados para posteriormente generar los nanotubos de carbono con el diferente elemento matriz. La figura 8 b), se muestra el precursor $\text{AlO}_2\text{-Co-Fe}$ a calcinar a una temperatura de 600°C aproximadamente de 4 hora la curva de temperatura. Precursor $\text{AlO}_2\text{-Co-Fe}$ calcinado ver figura 8 c).

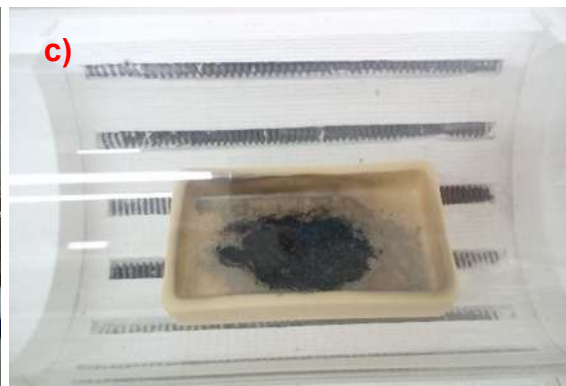


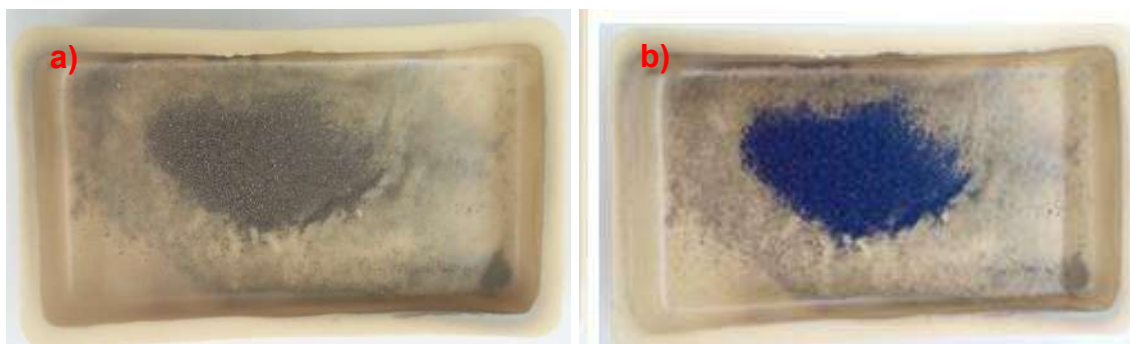
Figura 8. a) Horno TFM2-1200, b) Elementos a calcinar, c) Elementos calcinado

En la figura 9 se puede ver el peso del otro de los precursores a utilizar para generar nanotubos de carbono con elemento matriz de Oxido de titanio, que se utilizaron para crecer nanotubos de carbono, así como su dispersión.



Figura 9. Peso del óxido de titanio

El titanio puro ver figura 10 a) se introdujo en un tubo de cuarzo de un 0.0254 m de diámetro por 1 m de longitud, para realizar tratamiento térmico a una temperatura de 600° C, durante 2 horas. El titanio calcinado figura 10 b) se mezcla en un mortero de ágata mezclándolo con Fe y Cobalto ver figura 10 c), hasta obtener la calcinación para posteriormente someterlos a la deposición química de vapor CVD controlada en una atmosfera de Argón y metano para la obtención de los nanotubos. Figura 10 d).



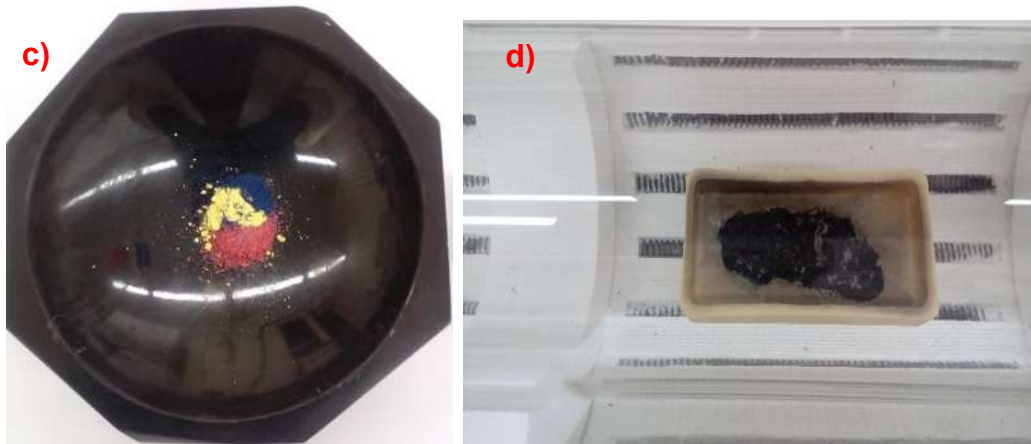


Figura 10. a) titanio puro, b) titanio calcinado, c) mezcla de elementos, d) Calcinación de los elementos para sinterizar por CVD

Posteriormente se depositan los elementos calcinados en un crisol de óxido de magnesio ver figura 11.

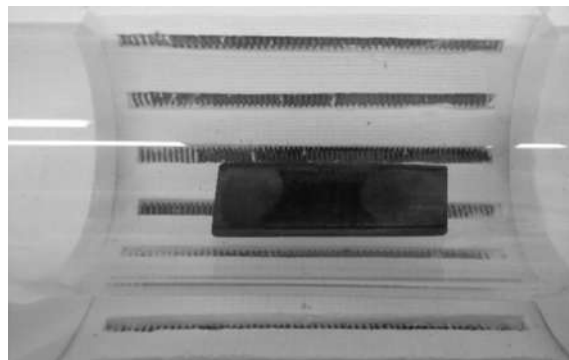


Figura 11. Elementos calcinados a 600°C

La figura 12, muestra el equipo donde se llevó a cabo la sinterización y obtener los nanotubos de carbono (NTC's) por el método Chemical Vapor Deposition (CVD) con una atmosfera controlada de argón, se introduce los elementos calcinados y se sella el tubo de por los extremos e iniciar con la curva de temperatura del horno.



Figura 12. Horno a temperatura de 730°C con gabinete de control del suministro de los gases, Argón y Etileno

Primeramente se llena de argón durante un minuto la atmosfera interior del tubo de cuarzo, posteriormente se inicia con la programación anteriormente introducida al control del horno, se inicia con una temperatura ambiente, se suministra por 11 minutos 500 L/min de Ar subiendo a una temperatura de 730°C, para posteriormente sostenerla durante 30 minutos con 100 L/min de etileno y 500 L/min de Ar, posteriormente se cierra el suministro del etileno y el argón se baja a 300 L/min durante 2 horas. Se deja enfriar el horno hasta llegar a 25°C para posteriormente retirar los nanotubos, figura 13.

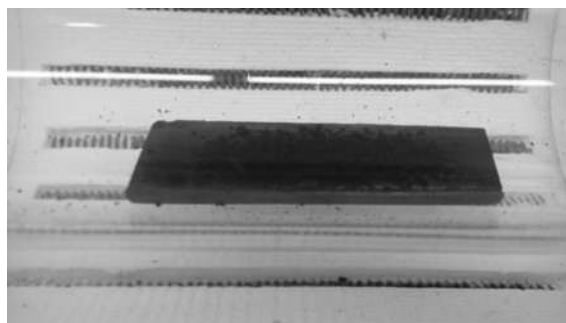


Figura 13. Nanotubos de Carbono por método CVD

3.1.2. Dispersión de Nanotubos

La realización de este método se realizó, en el procesador ultrasónico cole-parmer a 500 Watt con controlador de temperatura ver figura 14. El cual nos ayuda a procesar muestras de 250 μ L hasta 19 L/h usando una celda de flujo continuo opcional, el controlador de temperatura y la memoria integrales, evitan el sobrecalentamiento de la muestra al terminar los ultrasonidos cuando la muestra alcanza un límite de temperatura predeterminado, el monitor exclusivo de energía (joules) proporciona el método más preciso para reproducir los resultados. Se sometieron a un baño de ultrasonido 0.05% volumen/volumen de Nanotubos de carbono en 40 ml de Isopropanol, durante 1 minuto, para la dispersión de los Nanotubos de carbono para cada una de las condiciones propuestas.



Figura 14. Ultrasonido para la dispersión de los nanotubos de carbono

3.2. Espectroscopia Raman

En la figura 15 se muestra el equipo Microscopio Raman, Renishaw inVia Qontor, tecnología de seguimiento de enfoque LiveTrack™, el inVia Qontor permite analizar muestras con superficies irregulares, curvas o rugosas.



Figura 15. Microscopio Raman Renishaw inVia Qontor

Durante la acumulación de datos y la visualización de vídeo con luz blanca, el enfoque óptimo se mantiene en tiempo real. Esto elimina la necesidad de invertir tiempo con el enfoque manual, el pre-escaneado o la preparación de muestras, reduce los tiempos totales de experimentación y hace fácil el análisis incluso de las muestras más complejas. Se realizaron espectroscopias Raman, ver figura 16. para las muestras de Nanotubos con matriz de Titanio puro, Nanotubos con matriz de Titanio calcinado y Nanotubos con matriz de Oxido de Titanio, para establecer cuál de ellas es factible para la investigación.



Figura 16. Montaje de muestra de Ti en Raman

En la figura 17 se muestran los patrones de espectroscopia Raman de nanotubos de carbono, se muestra en la figura 18 las espectroscopias Raman donde se establece el rango del modo tangencial G alrededor de 1590 cm^{-1} el cual se utilizó para identificar la presencia de carbono ordenado como grafito y nanotubos de carbono, al haber hibridado el sistema de carbono.

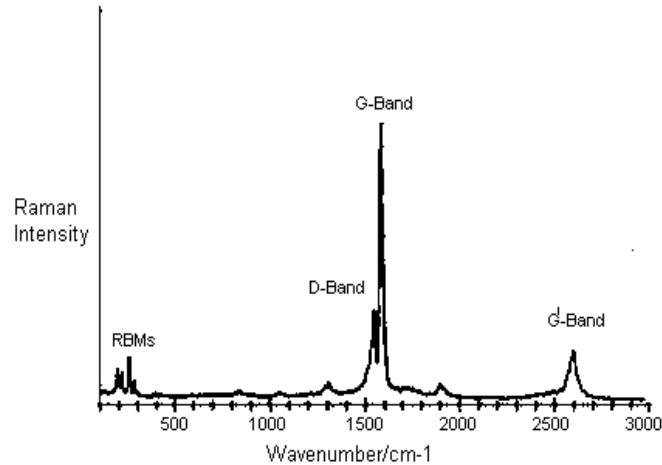


Figura 17. Patrón de Espectroscopia Raman del Carbono

La banda D alrededor de 1350 cm^{-1} está asociada con defectos o carbono amorfo, dando una indicación de la cantidad de carbono desordenado. Por lo tanto, la relación de la D y G intensidades de banda (D/G) se utiliza como medición cualitativa para la formación de formas no deseadas de carbono.

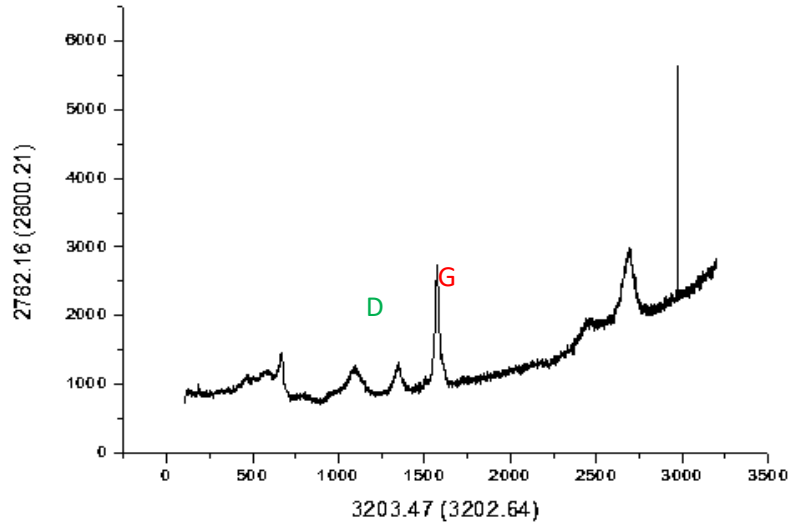


Figura 18. Banda (D/G) medición cualitativa del carbono

En las figuras 19 a la 25 se muestran las espectroscopias Raman los diferentes precursores para la generación de nanotubos de carbono, y obtener el mejor resultado e iniciar con la generación de las probetas.

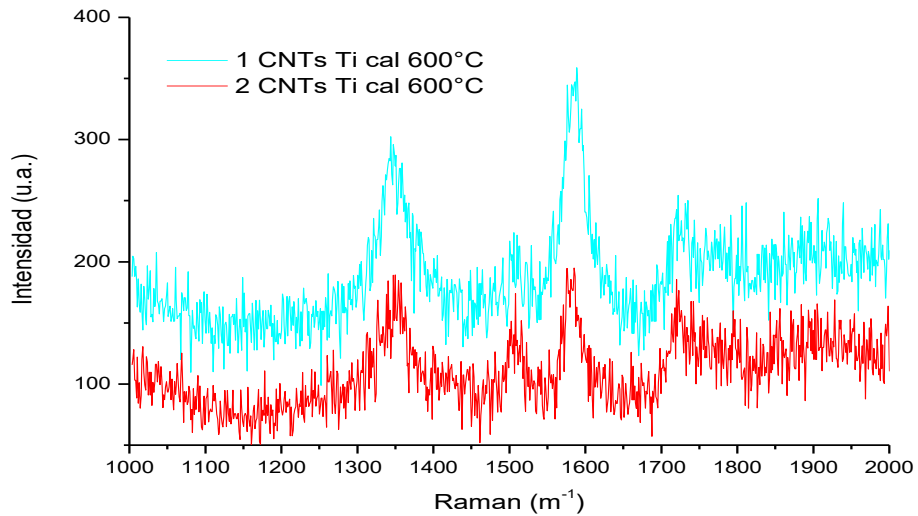


Figura 19. Nanotubos de carbono matriz de Ti calcinado a 600°C sin dispersar

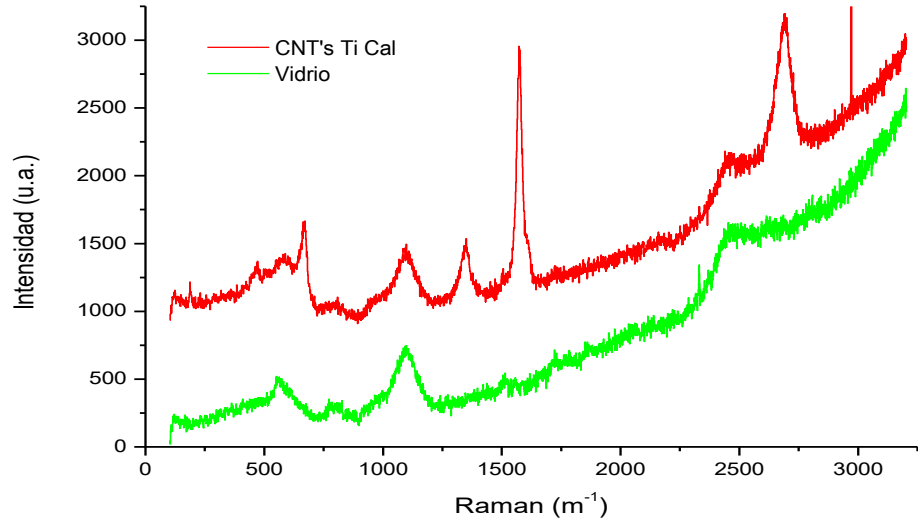


Figura 20. Nanotubos de carbono matriz de Ti calcinado, dispersados en 40 ml de Isopropanol, muestra montada sobre una placa de vidrio corrida desde 0 a 3000 Raman (m^{-1})

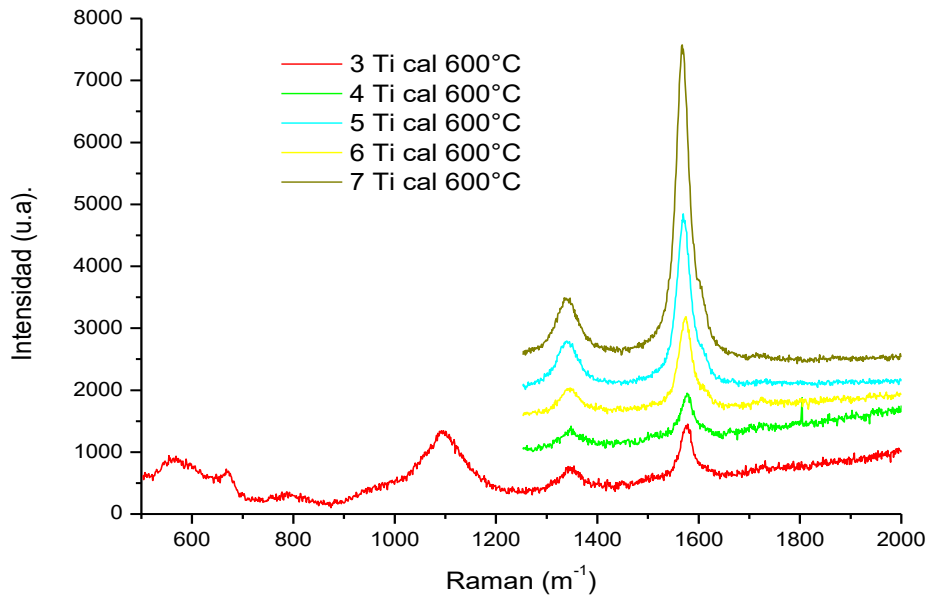


Figura 21. Nanotubos de carbono matriz de Ti calcinado a 600°C dispersados en 40 ml de Isopropanol, muestra montada sobre una placa de vidrio corrida desde 0 a 2000 Raman (m^{-1})

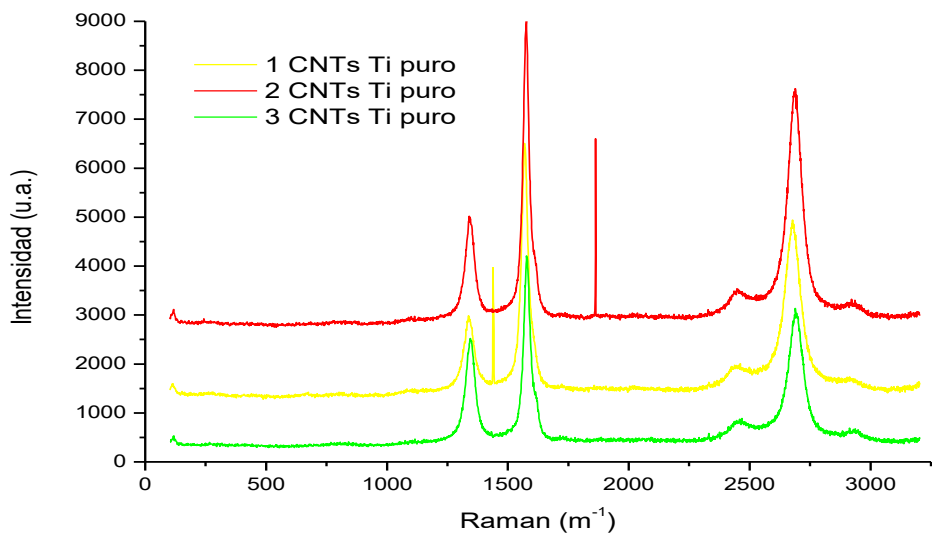


Figura 22. Nanotubo de carbono matriz de Ti puro dispersados por un minuto, en 40 ml de Isopropanol corrida desde 0 a 3000 Raman (m^{-1})

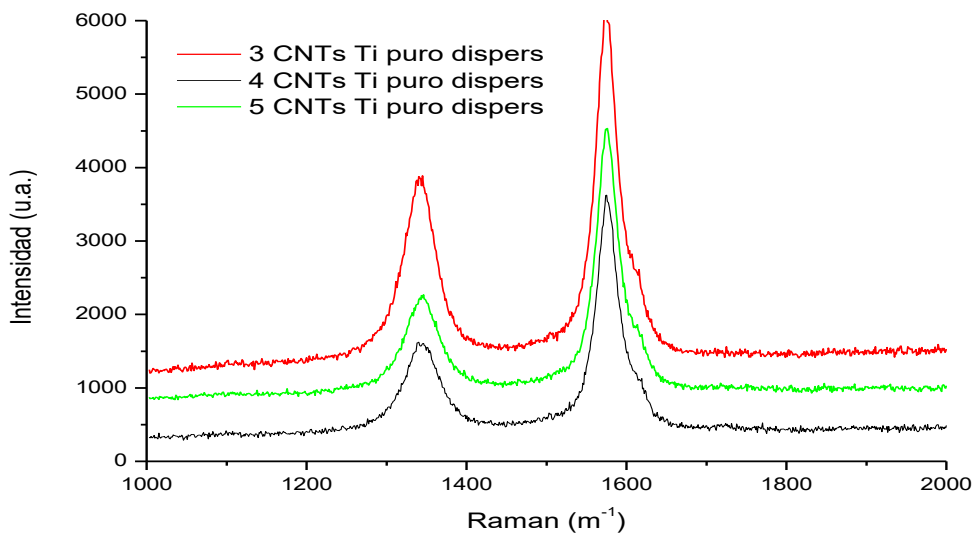


Figura 23. Nanotubo de carbono matriz de Ti puro dispersados por un minuto, en 40 ml de Isopropanol corrida desde 0 a 2000 Raman (m^{-1})

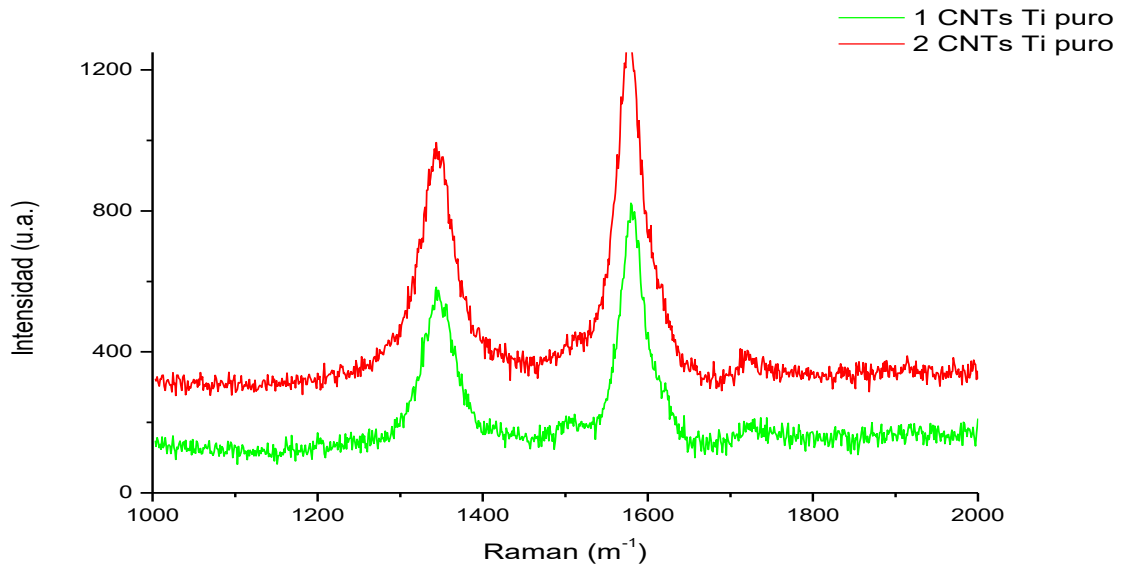


Figura 24. Nanotubo de carbono matriz de Ti puro sin dispersar corrida desde 1000 a 2000 Raman (m^{-1})

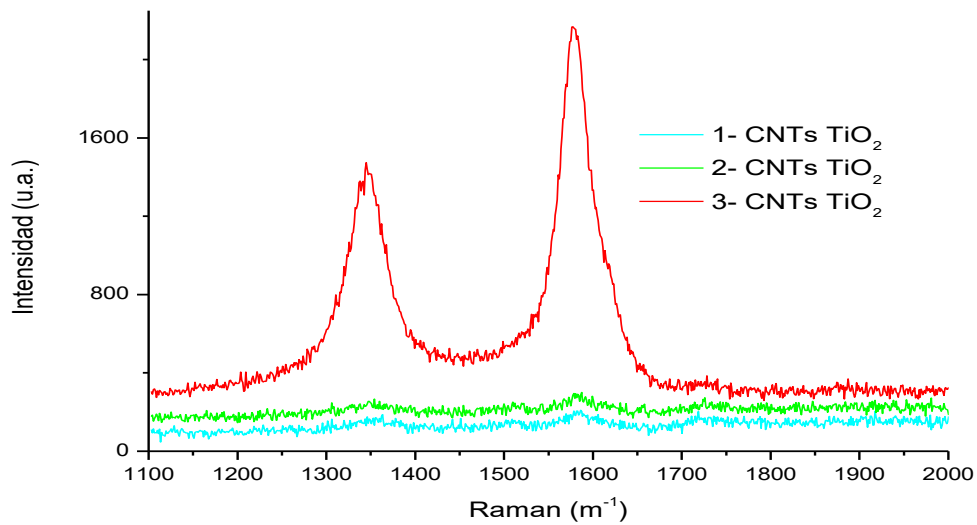


Figura 25. Nanotubo de carbono matriz de TiO_2 dispersados en 40 ml de Isopropanol por un minuto, corrida desde 1100 a 2000 Raman (m^{-1})

La espectroscopia Raman de la figura 23 genero mejores patrones, por lo que se decide realizar los nanotubos de carbono con Ti puro, para esta investigación.

3.3. Microscopia Electrónica de Barrido

En la siguiente figura 26, se observa un Microscopio Electrónico de Barrido EVO MA 10, capta detalles topográficos excepcionales en tensiones bajas gracias a la captura de imágenes de desaceleración de haz y de electrones retrodispersados de alta definición.



Figura 26. Microscopio Electrónico de Barrido EVO MA 10

En las figuras 27 a) y b) se muestran la preparación para obtener las micrografías en el MEB de nanotubos de AlO_2 , Ti puro y Ti a 600°C dispersados por ultrasonido en 20 ml de alcohol Isopropílico el cual se volatizará rápidamente y colocadas en papel de cobre para hacerlas conductoras.



Figura 27. a) Nanotubos dispersados de AlO₂, b) NTC's Dispersados de Ti calcinado y Ti puro consecutivamente

En las figuras 28 a la 30 se puede observar las micrográficas a diferentes magnitudes, la existencia de nanotubos de carbono los cuales se dispersaron en ultrasonido por un minuto; se concluye que se debe dar más tiempo de dispersión debido a que no se puede observar la longitud y el diámetro, también hay que cuidar la temperatura ya que pueden llegar también a fracturarlos y no tener una buena simetría; por la espectroscopia Raman se verifica que efectivamente existen nanotubos con este precursor de TiO₂.

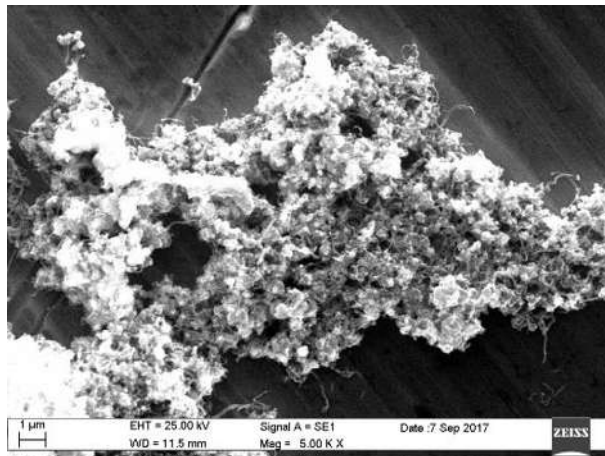


Figura 28. Micrografía a una magnitud de 5000x NTC's aglomerados

En la figura 28 se observa la aglomeración de nanotubos de carbono por lo que se refiere a realizar por más tiempo el ultrasonido.

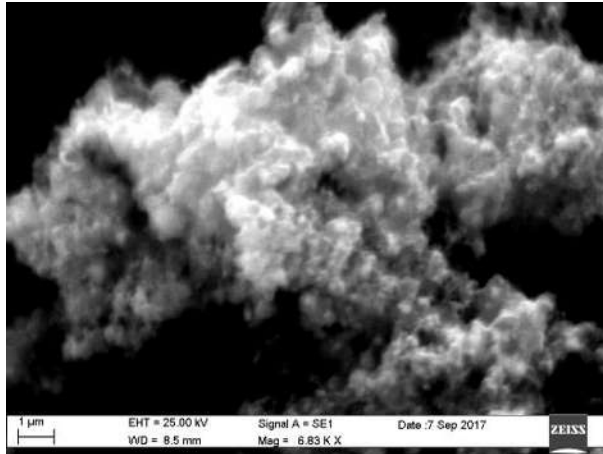


Figura 29. Micrografía de NTC's a una magnitud de 6830x en otra zona de la muestra

En la figura 25 se puede observar debido a la magnitud una mejor dispersión de los nanotubos de carbono.

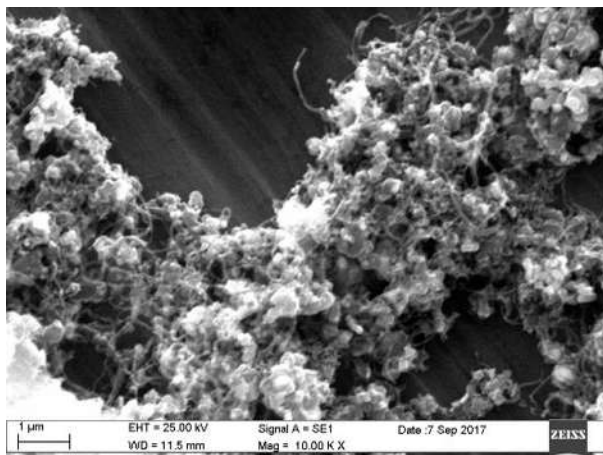


Figura 30. Micrografía de NTC's a una magnitud de 10000x

Se buscó en zonas diferentes para obtener una mejor micrografía, pero en las 3 zonas se observan de forma aglomerada lo cual no fue de gran ayuda, en la figura 33, los nanotubos de carbono se visualizan de forma aglomerada y se puede obtener un diámetro, sin una longitud exacta.

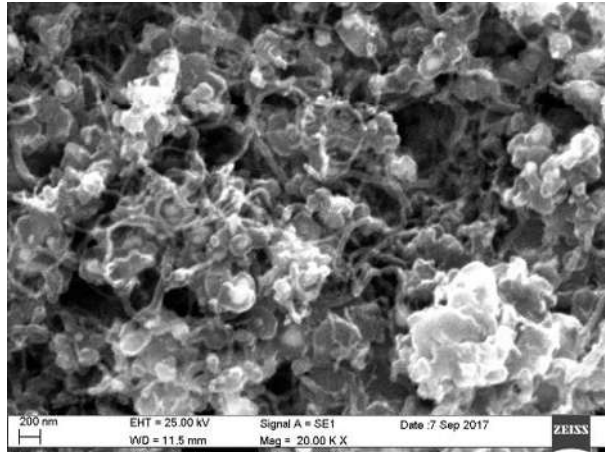


Figura 31. Micrografía de NTC's a una magnitud de 20000x

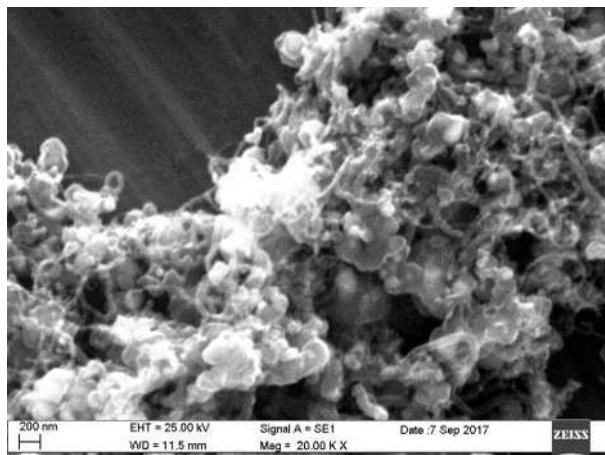


Figura 32. En la misma micrografía con una magnitud de 20000x en otra zona de la muestra se puede observar de la misma forma de aglomeración

En esta micrografía se puede observar que el diámetro de los nanotubos de carbono tomadas en un ángulo de 29.1° con un diámetro de 68.98 nm (círculo amarillo), la siguiente medición con un ángulo de 70.1° a un diámetro de 80.07 nm (círculo verde), en la siguientes se observa de forma perpendicular un diámetro de 80.2 nm (círculo azul) y 100 nm consecutivamente (círculo rojo). Ver figura 33.

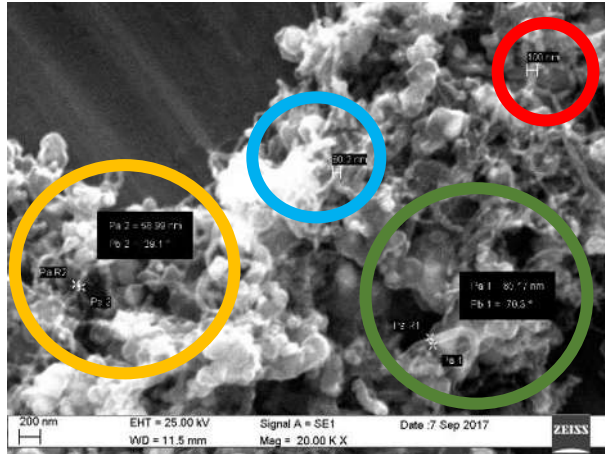


Figura 33. Micrografía de los nanotubos de carbono con obtención de diámetro

En la figura 34 y 35 con una magnitud de 25000x y 40000x consecutivamente se observan los nanotubos de carbono en varias dimensiones según la clasificación de 0-D, 1-D e inclusive hasta 3-D. [37]

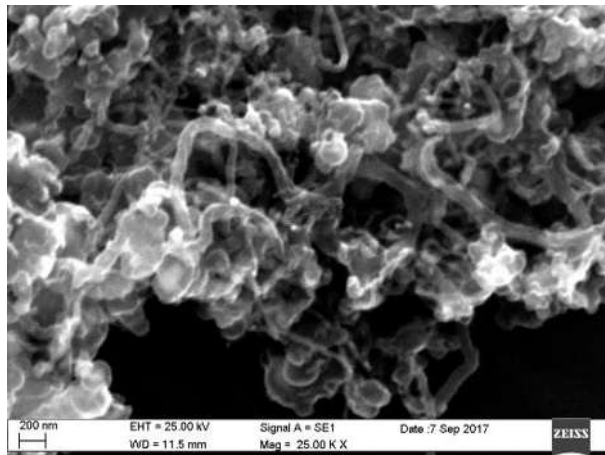


Figura 34. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 25000x

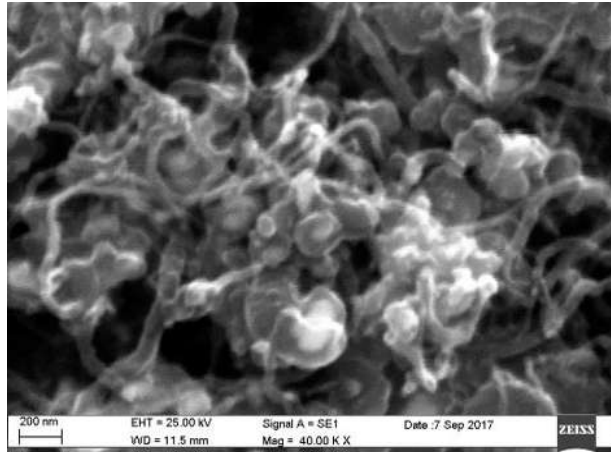


Figura 35. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 40000x

Para los Nanotubos de carbono sintetizados con matriz de titanio calcinado a 600°C se observó una sola zona en las micrográficas, la cual se encuentra muy aglomerada y no se alcanzó a dispersar los nanotubos, de acuerdo a los resultados obtenidos de la espectroscopia Raman.

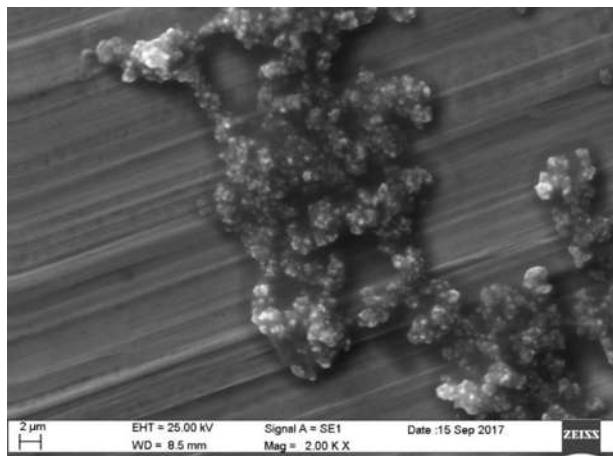


Figura 36. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 2000x

En la figura 37 se observa nanotubos de carbono a una dimensión de 3-D Nanocristalinos. De acuerdo a nanoescala <100nm.

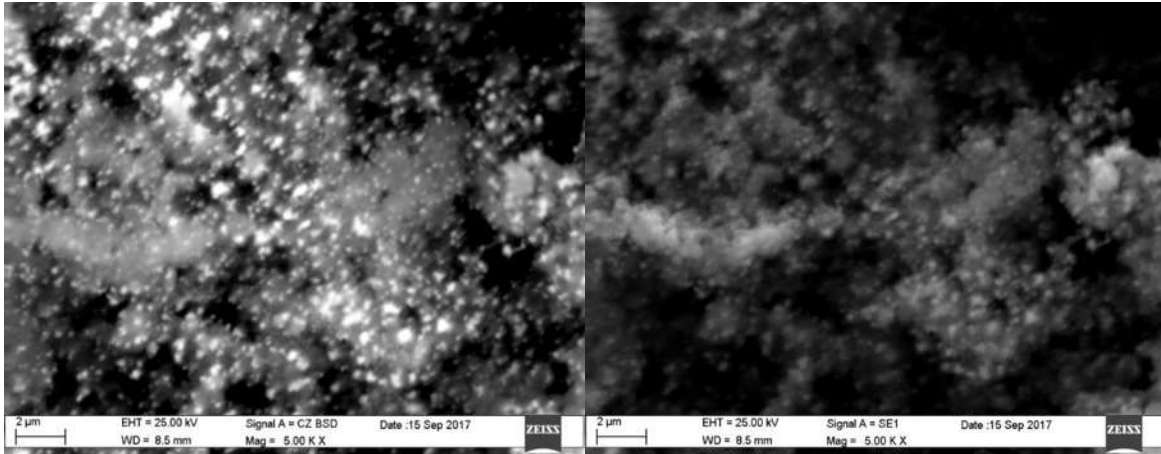


Figura 37. Micrografías de los nanotubos de carbono a una magnitud de 5000x

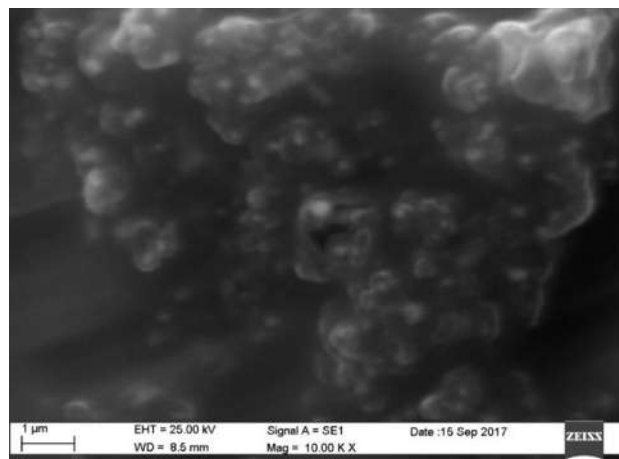


Figura 38. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 10000x

La dispersión de Nanotubos de carbono sintetizados con matriz de titanio puro como precursor se observan mejor en estas micrografías.

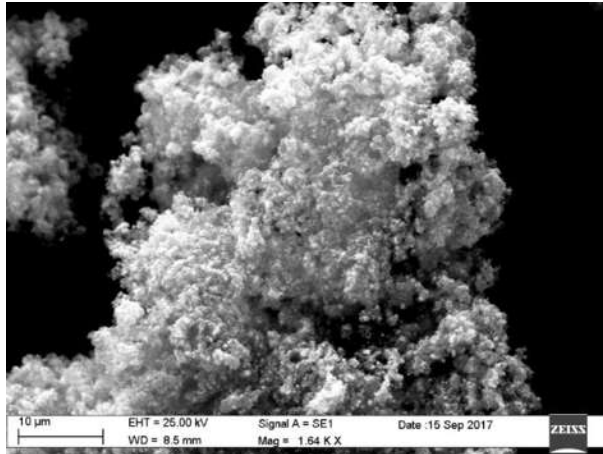


Figura 39. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 1640x

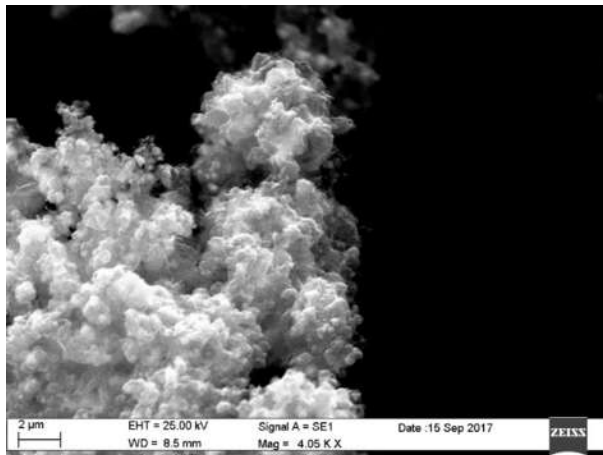


Figura 40. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 4000x

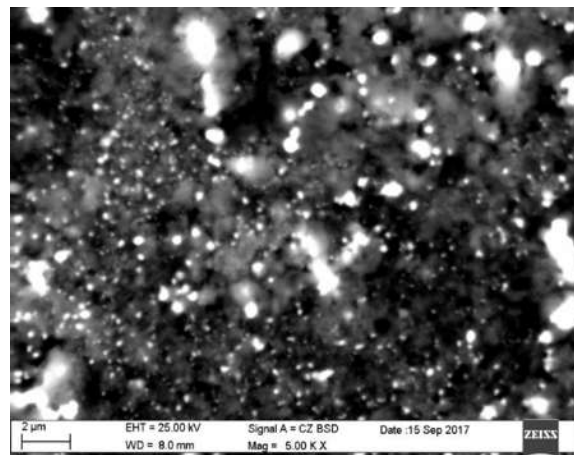


Figura 41. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 5000x

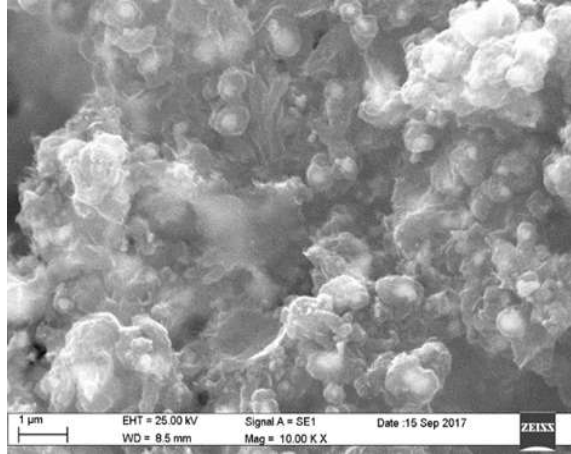


Figura 42. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 10000x

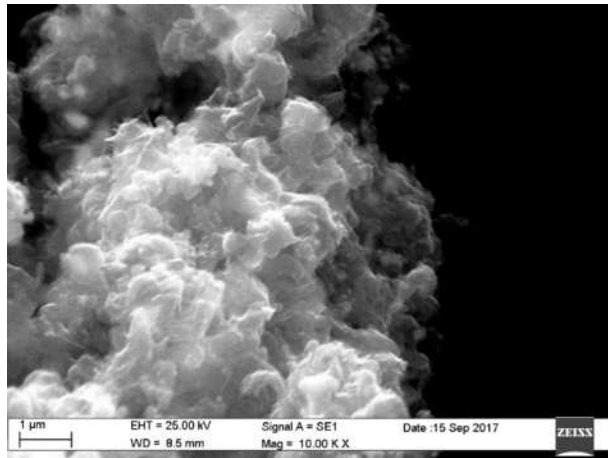


Figura 43. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 10000x

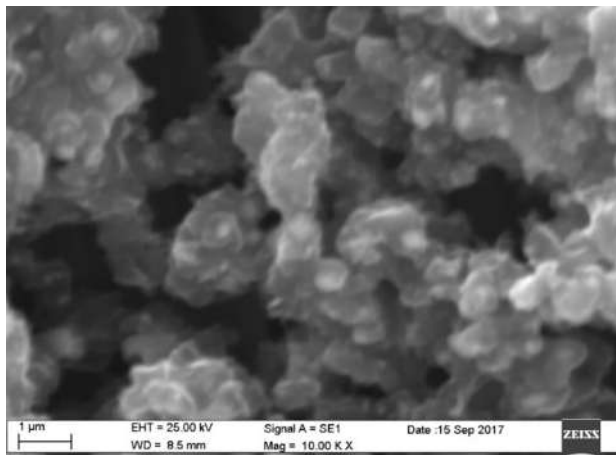


Figura 44. Micrografía de los nanotubos de carbono a una magnitud de 10000x

3.4 Materiales, Equipos y Desarrollo Experimental para la fabricación de probetas de aleación Ti-Ta-Sn con nanotubos y sin nanotubos de Carbono

3.4.1 Materiales

Las aleaciones fueron sintetizadas mediante mezcla de polvos metálicos de titanio, tantalio y estaño. La información de los polvos se muestra en la Tabla 2.

Tabla 2. Características de los materiales utilizados reporte del fabricante.

Polvo	Proveedor	Pureza	Tamaño de partícula
Titanio (Ti)	Merck	99.9%	<149 um
Tantalio (Ta)	Aldrich	99.9%	<44 um
Estaño (Sn)	Aldrich	99.8%	<45 um

3.4.2. Pesaje de polvos metálicos y nanotubos de carbono con espaciador

Se realiza el pesaje de los polvos metálicos, espaciador y los nanotubos de carbono en una balanza analítica ($\pm 1 \times 10^{-4}$ g), los porcentajes y pesos agregados a los recipientes se pueden observar en la Tabla 3 para probetas de 8mm x 8mm y Tabla 4 para muestras de 8mm x 3mm.

Tabla 3. Pesaje de polvos muestra de 8mm x 8mm

Porosidad	0%	30%	40%
Ti	1.2759	0.8931	0.7655
Ta	0.8366	0.5856	0.5019
Sn	0.5066	0.3546	0.3040
Bicarbonato de amonio	0.0000	0.1918	0.2558
MWCNT's	0.0261	0.0183	0.0157

Tabla 4. Pesaje de polvos muestra de 8mm x 3mm

Porosidad	0%	30%	40%
Ti	0.4785	0.3349	0.2871
Ta	0.3137	0.2196	0.1882
Sn	0.1900	0.1330	0.1140
Bicarbonato de amonio	0.0000	0.0719	0.0959
MWCNT's	0.0098	0.0069	0.0059

3.4.3. Pesaje de polvos metálicos con espaciador

Se realiza el pesaje de los polvos metálicos y espaciador en una balanza analítica ($\pm 1 \times 10^{-4}g$), los porcentajes y pesos agregados a los recipientes se pueden observar en la Tabla 5 para probetas de 8mm x 8mm y Tabla 6 para muestras de 8mm x 3mm.

Tabla 5. Pesaje de polvos muestra de 8mm x 3mm

Porosidad	0%	30%	40%
Ti	1.2761	0.8933	0.7657
Ta	0.8362	0.5853	0.5017
Sn	0.5064	0.3545	0.3038
Bicarbonato de amonio	0.0000	0.1918	0.2558

Tabla 6. Pesaje de polvos muestra de 8mm x 3mm

Porosidad	0%	30%	40%
Ti	0.4786	0.3350	0.2871
Ta	0.3136	0.2195	0.1881
Sn	0.1899	0.1329	0.1139
Bicarbonato de amonio	0.0000	0.0719	0.0959

3.4.4. Preparación de las probetas en verde

Para las probetas Bulk, y espumas con 30% y 40 % de espaciador, con nanotubos de carbono y mismas condiciones sin nanotubos de carbono, se realizó ultrasonido

por un tiempo de 30 minutos para dispersar los nanotubos de carbono en 20 ml de Isopropanol, ver figura 45 a), posteriormente se evaporo colocándolo en un agitador magnético con calentamiento cimarec marca thermo scientific, a una temperatura de 140°C por 120 minutos, ver figura 45 b), hasta obtener un polvo metálico completamente seco.

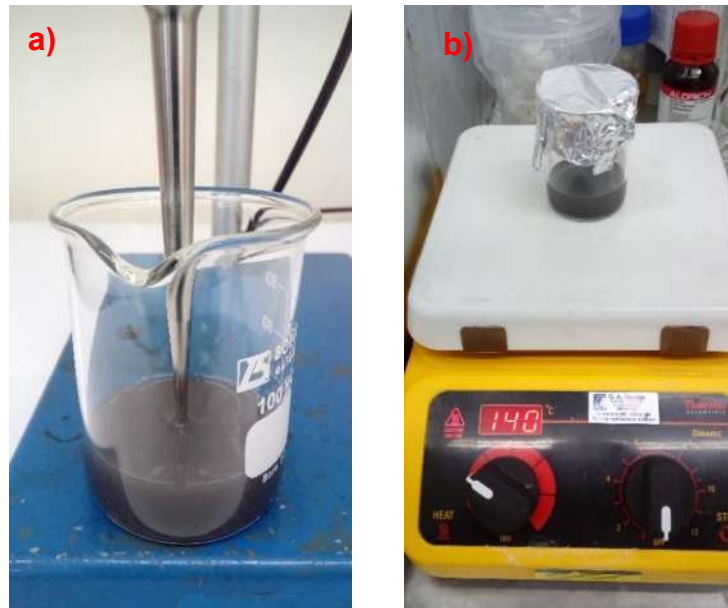


Figura 45. a) Dispersión de polvos metálicos con nanotubos de carbono. b) Evaporación del Isopropanol en agitador magnético

3.4.3 Tamizado del Space-Holder Carbonato de amonio

Se realizó el pesaje en una balanza del Carbonato de Amonio, posteriormente se tamizo en equipo modelo Gilson Performer III con el cual obtuvimos un rango de granulometría de 106 μ m-300 μ m (No. 50-140). Ver figura 46 b). Se colocaron de forma descendente para obtener el tamaño de grano mayor en la parte superior y el menor en la parte inferior, se pesa el carbonato de amonio máximo 30 gr. Y se colocan en el tamiz No. 50 de arriba para posteriormente iniciar con el tamizado el espaciador que se utilizo fue el del tamiz No.150. y el de menor granulometría quedo en el recipiente inferior. En todos los casos se pesó el carbonato de amonio en cada proceso de tamizado que tuvo una duración de 10 minutos. ver figura 46. a) y c).



Figura 46. Peso y tamizado del carbonato de amonio (Space Holder)

3.4.4. Mezcla de los polvos

La masa de los polvos según el porcentaje en peso de la aleación de interés (Ti-Ta-Sn) fue cuantificada con una balanza PCE-ABZ con precisión de 0.0001 g la cual fue calibrada mediante el procedimiento establecido su manual de operación. El carbonato de amonio fue sometido por 4 horas a 50°C para quitar la humedad. Posteriormente se mezcló los elementos con el espaciador en un Molino mezclador Retsch MM400, Los recipientes de molienda se encuentran en posición horizontal y realizan un movimiento en forma de arco circular, el material apenas se calienta por el tiempo de molienda extremadamente corto. De esta manera se pueden triturar y mezclar la mayoría de los materiales sin la necesidad de ser enfriados. Realiza una homogeneización efectiva, es excelente para mezclar muestras pulverizadas con aglutinantes [57].

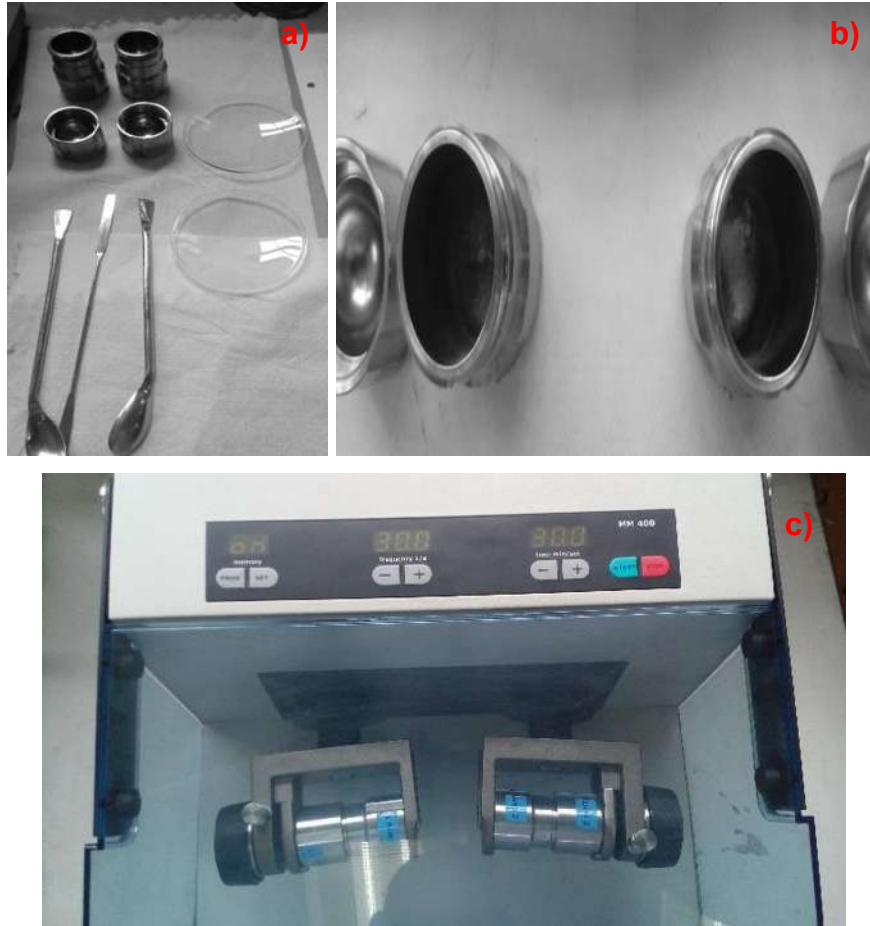


Figura 47. a) Jarros de acero inoxidable, b) Mezcla con nanotubos de carbono y carbonato de amonio como espaciador, c) Molino mezclador Retsch MM400

El procedimiento de mezcla utilizado fue el mismo para la síntesis de las muestras con nanotubos de carbono y sin nanotubos de carbono, figura 47 a) a una frecuencia de 30 Hz durante 30 minutos, añadiendo el carbonato de amonio para generar las espumas figura 47 b), que fueron de 30% y 40% de espaciador en ambos casos, figura 47 c) en jarros de acero inoxidable.

3.4.5. Compactación para la obtención de las probetas en verde

Para la compactación de los polvos, se utilizó una matriz metálica, de 30 mm diámetro externo y 30 mm altura, con una perforación pasante de diámetro 8 mm y una altura de probeta máxima de 15 mm. Ver figura 48.



Figura 48. Matriz metálica, de 30 mm diámetro externo y 30 mm altura

Los polvos después de mezclarse se colocaron en vidrio reloj para vaciar en una matriz de acero y compactar en probetas de 8mm de diámetro x 8mm de longitud y de 3mm de diámetro y 8mm de longitud. Figura 49.

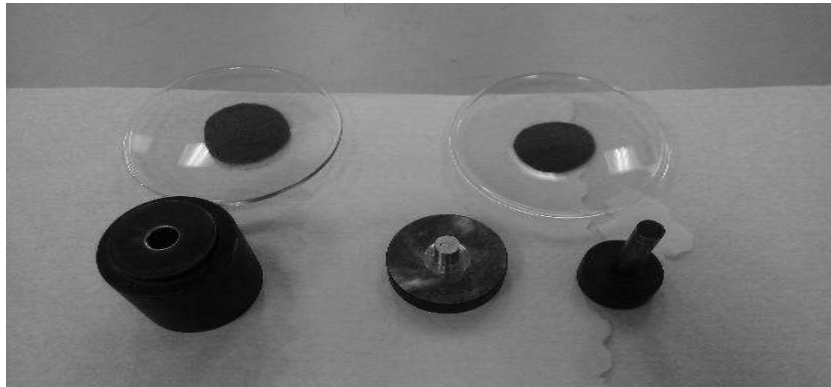


Figura 49. Polvos mezclados colocados en vidrio reloj y matriz de acero

El procedimiento para la compactación de los polvos y generación de las probetas de cada etapa se detalla a continuación:

- a. Limpiar los elementos de compactación. La matriz y punzones deben ser lubricados con estearato de zinc utilizando un pincel. Ver figura 50.



Figura 50. Matriz lubricada con estearato de zinc

- b. En la figura 51 se observan los polvos metálicos mezclados vertidos al interior de la matriz en un embudo de vidrio por la parte superior.



Figura 51. Polvos metálicos mezclados vertidos al interior de la matriz en un embudo de vidrio

- c. El punzón que ejerce la carga es introducido por la parte superior de la matriz como se muestra en la figura 52.



Figura 52. Punzón introducido para la compactación de las probetas

- d. Se somete a la etapa de compactación propiamente tal, la cual considera una precarga de 30 N a una velocidad de 5 mm/min, seguido de la aplicación de la carga final de 430 MPa a una velocidad de 10 mm/min, Ver figura 53 a), utilizando una máquina para ensayos universal Zwick/Roell Z030. Ver figura 53 b).

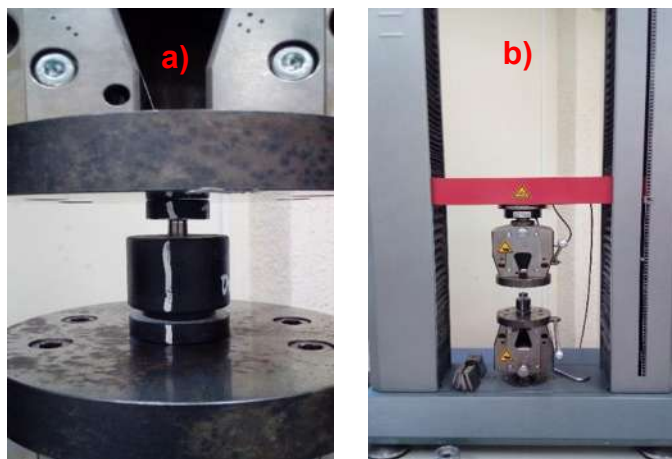


Figura 53. a) Carga de 430 MPa, b) máquina para ensayos universal Zwick/Roell Z030

- e. Luego de 1 min de aplicación de la carga final, se procede a extraer el compacto en verde generado por la compactación, aplicando la carga necesaria para extraer el punzón pequeño y luego la muestra. Ver figura 54.

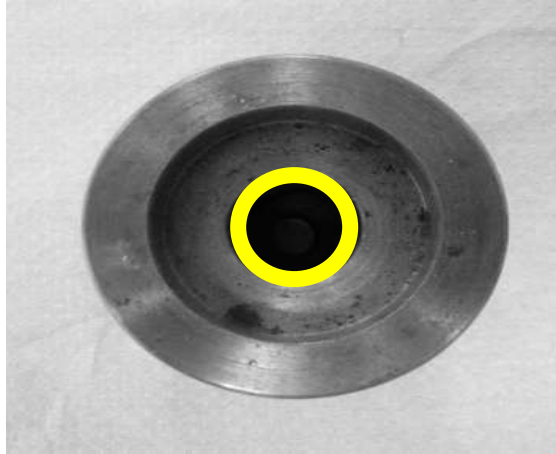


Figura 54. Compacto en verde

- f. En la figura 55 se observa la probeta en verde, el cual es rotulado y guardado en una bolsa hermética, la cual es almacenada en un desecador. Para generar una nueva muestra en verde se debe empezar por el paso a).



Figura 55. Probeta en verde

La obtención de las probetas, que posteriormente se les dará un tratamiento térmico de acuerdo a la curva de temperatura figura 56, iniciando con una temperatura de sublimación de 180°C, para las espumas y posteriormente llegar a los 1200°C, para las Bulk se dará una temperatura inicial de 800°C y consecutivamente hasta 1200°C.



Figura 56. Curva de temperatura para la sinterización convencional

Se realizó la sinterización en 2 etapas, la primera fue para las espumas de acuerdo a la curva de calentamiento del horno tubular de alta temperatura Nabertherm modelo RHTC 80-450/15 figura 57, posteriormente se realizó para las probetas Bulk. Este mismo procedimiento se efectuó para ambos casos de aleación de Ti-Ta-Sn sin nanotubos de carbono y con nanotubos matriz AlO_2 .



Figura 57. Horno tubular de alta temperatura Nabertherm, Mod. RHTC 80-450/15

El gas argón (UHP) utilizado en todos los procesos de este trabajo, marca Linde densidad 1.656 kg/m^3 con alta pureza (99,99% mínimo) y las especificaciones de las impurezas son suministradas por el distribuidor se observan en la tabla 7.

Tabla 7. Impurezas gas argón utilizado

Impureza	Especificación	Unidad
O ₂	< 3	Ppm
N ₂	< 5	Ppm
CH ₄	< 0.2	Ppm
H ₂ O	< 3	Ppm
CO ₂	< 0.3	Ppm

Probetas sinterizadas de 8mm de diámetro con 8 mm de longitud y 8mm de diámetro con 3 mm de longitud consecutivamente. Figura 58.



Figura 58. Probetas sinterizadas

En la figura 59 a) y b) consecutivamente muestra las probetas Bulk sin nanotubos de carbono sinterizada una de 8mm x 8mm y la otra 8mm x 3 mm, figura 59 c) y d) consecutivamente muestra las espumas sin nanotubos de carbono con 30% de

espaciador, sinterizadas una de 8mm D. x 8mm L. y la otra 8mm D. x 3 mm L. figura 59 e) Espuma con NTC's 40% espaciador de 8mm D. x 8mm L.

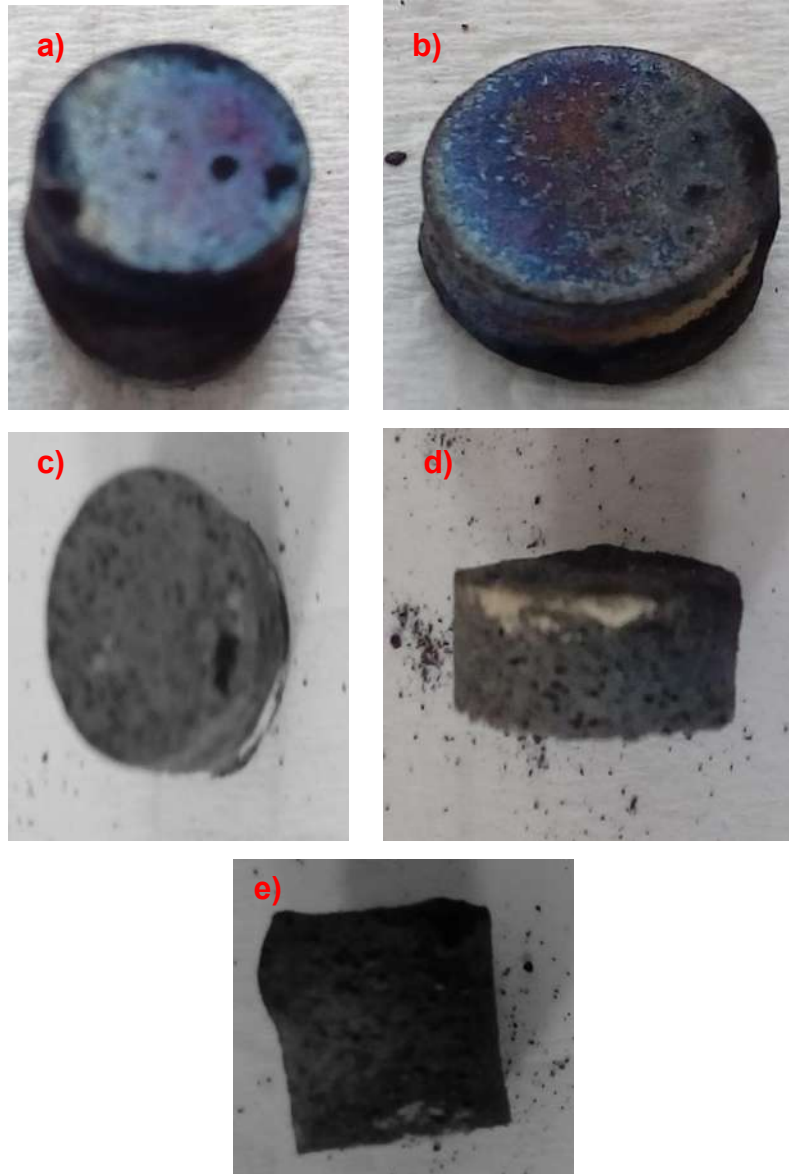


Figura 59. a) Bulk de 8mm D. x 8mm L. b) Bulk 3mm D. x 8mm L. c) Espumas sin NTC's 30% espaciador de 8mm D. x 8mm L. d) 3mm D. x 8mm L. e) Espuma con NTC's 40% espaciador de 8mm D. x 8mm L

3.5. Técnicas de caracterización

3.5.1. Microscopía Óptica

La Microscopía óptica (MO) se realizó en el Laboratorio de la Facultad de ingeniería Mecánica, Universidad Michoacana de San Nicolas de Hidalgo. El microscopio es de marca Olympus modelo GX41, con el software de análisis de imágenes Stream de Olympus ofrece procesos de trabajo de inspección rápidos y eficientes para todos los pasos del proceso de adquisición de imágenes, mediciones cuantitativas y análisis de imágenes, generación de informes y tareas avanzadas de inspección de la ciencia de materiales.



Figura 60. Microscopio óptico Olympus

3.5.2. Microscopia Electrónica de Barrido

Se analizarán los polvos obtenidos de la molienda en un Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM-IT300LV el cual se muestra en la figura 61. Se prepararán las muestras, tomando pequeñas cantidades de cada una de las

diferentes moliendas, y se adquirirán micrografías a distintas ampliaciones y con los distintos detectores que posee el equipo (SE, BSE, GB, LV-SEC, detector de electrones secundarios en el modo de bajo vacío, platina de enriamiento de -30°C a 50°C, etc.) en áreas al azar abarcando los tamaños representativos de las muestras. Además, se realizarán análisis químicos mediante la técnica de EDS (Espectroscopia por Dispersión de Energía de Rayos X), el cual cuenta con 2 detectores EDS que permite análisis más precisos, por línea y mapeos elementales libres de zonas oscuras a diferentes magnificaciones.



Figura 61. Microscopio de emisión de campo JEOL Mod.JSM-IT300LV

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Caracterización de las muestras de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's mediante Microscopía Óptica (MO)

A cada una de las muestras se realizó con aproximadamente 50 imágenes tomadas. Las cuales se reporta algunas en la que se observa la porosidad sobre el módulo de elasticidad y esfuerzo de fluencia en espumas de Ti-Ta-Sn. En el Microscopio Óptico con diferentes aumentos, mediante los cuales se realizó un collage.

En general para ambas estructuras se observa una distribución no homogénea de los poros y constituyentes. Esta distribución no uniforme de los poros se puede explicar mediante la segregación del material espaciador durante el vaciado de los polvos en la matriz de acero en la compactación de los polvos. Principalmente se observan dos tonalidades en la matriz, una clara y una oscura para ambas estructuras, posteriormente mediante un análisis de EDS se conocerá a qué elementos constituyen estas tonalidades.

En las muestras con nanotubos se observa una tonalidad más oscura (en toda la matriz) respecto a las muestras sin microestructura bimodal, lo cual se atribuye a la adición de polvos aleados mecánicamente. Finalmente, se aprecia que la distribución de tamaño de los poros varía significativamente, ya que es posible encontrar poros con tamaños de 40 [μm] a 770 [μm], inclusive se observan pequeños puntos negros que corresponden a microporos formados, este fenómeno se aprecia notablemente en el bulk de la muestra con estructura bimodal (0% porosidad). La forma de los poros es completamente irregular, esto se puede explicar por la forma geométrica del material espaciador utilizado (carbonato de amonio).

Las figuras 62-65 muestra la aleación de Ti-Ta-Sn en 3 zonas diferentes a 4 escalas diferentes.

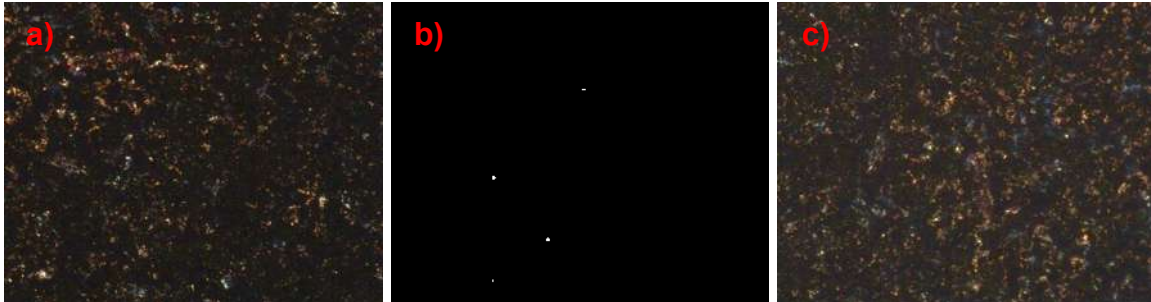


Figura 62. Microscopía Óptica, Escala 5x0.10 Mp1 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

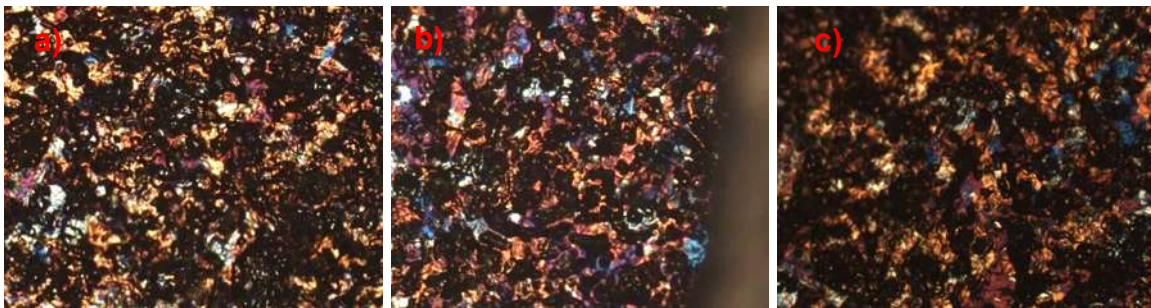


Figura 63. Microscopía Óptica, Escala 10x0.25 Mp1 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

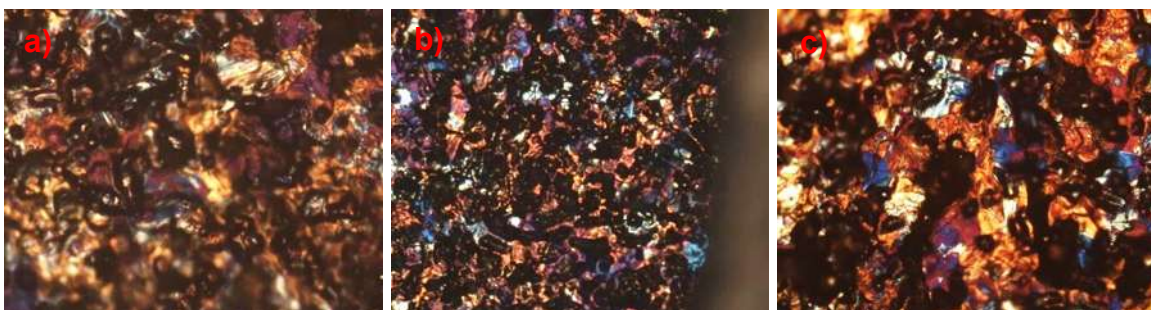


Figura 64. Microscopía Óptica, Escala 20x0.40 Mp1 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

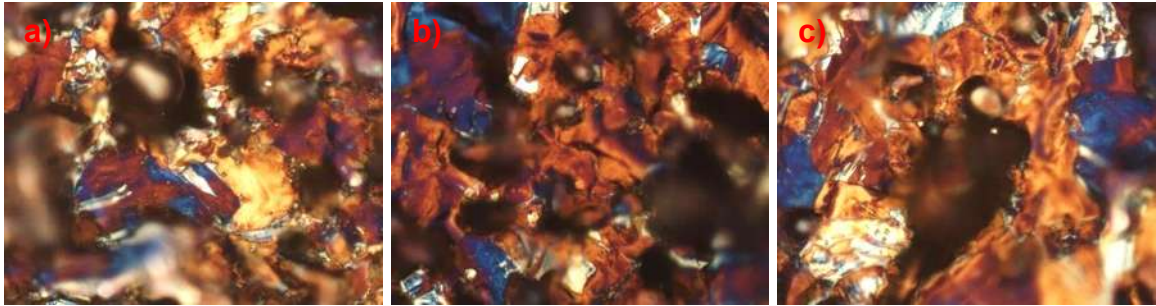


Figura 65. Microscopía Óptica, Escala 50x0.75 Mp1 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

Las figuras 66-69 muestra la aleación de Ti-Ta-Sn con porosidad de 30% en 3 zonas diferentes a 4 escalas diferentes.

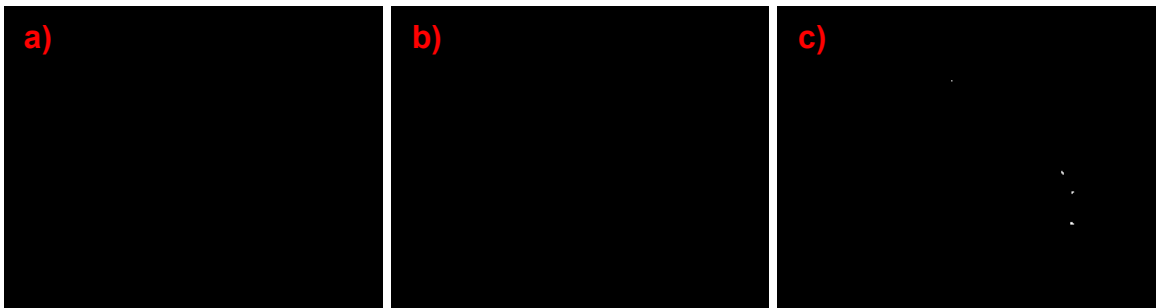


Figura 66. Microscopía Óptica, Escala 5x0.10 Mp2 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

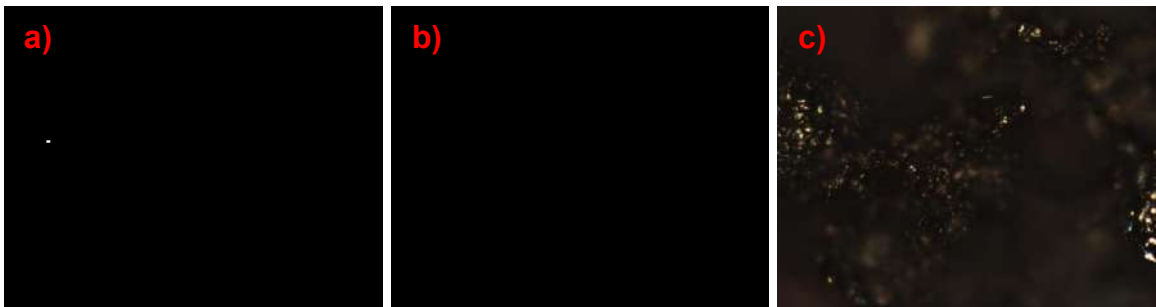


Figura 67. Microscopía Óptica, Escala 10x0.25 Mp2 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

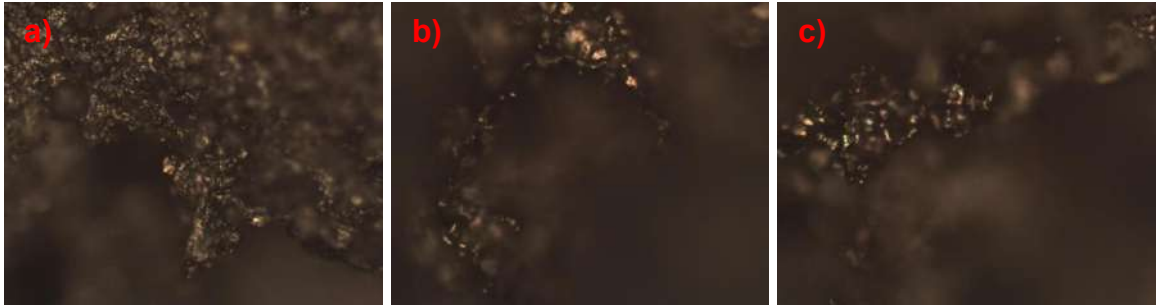


Figura 68. Microscopía Óptica, Escala 20x0.40 Mp2 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

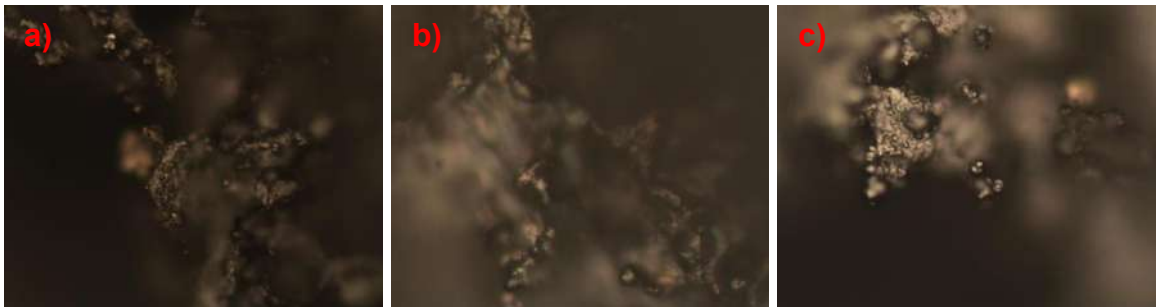


Figura 69. Microscopía Óptica, Escala 50x0.75 Mp2 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

Las figuras 70-73 muestra la aleación de Ti-Ta-Sn con porosidad de 40% en 3 zonas diferentes a 4 escalas diferentes.

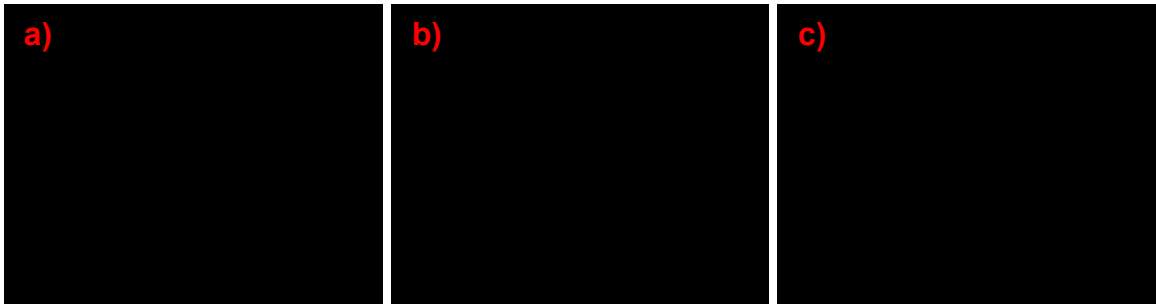


Figura 70. Microscopía Óptica, Escala 5x0.10 Mp3 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

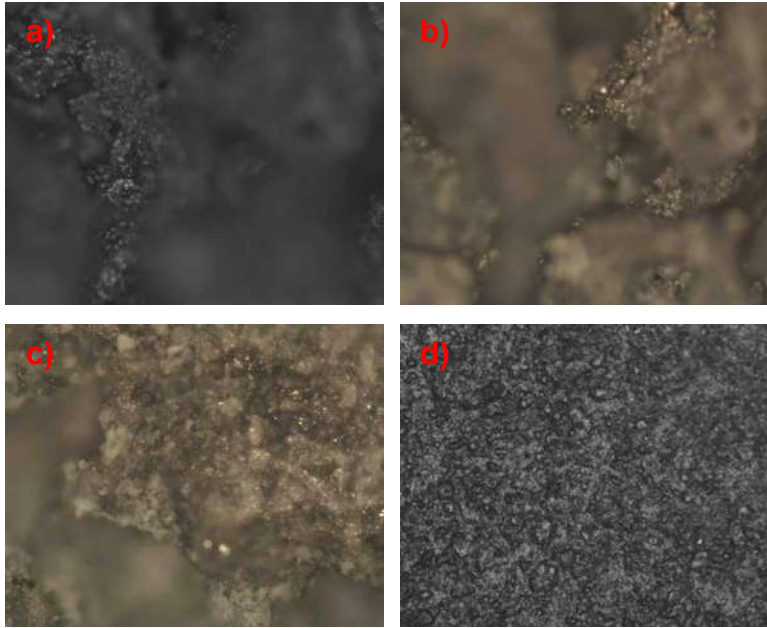


Figura 71. Microscopía Óptica, Escala 10x0.25 Mp3 a) ZA, b) ZA1, c) ZB y d) ZC.

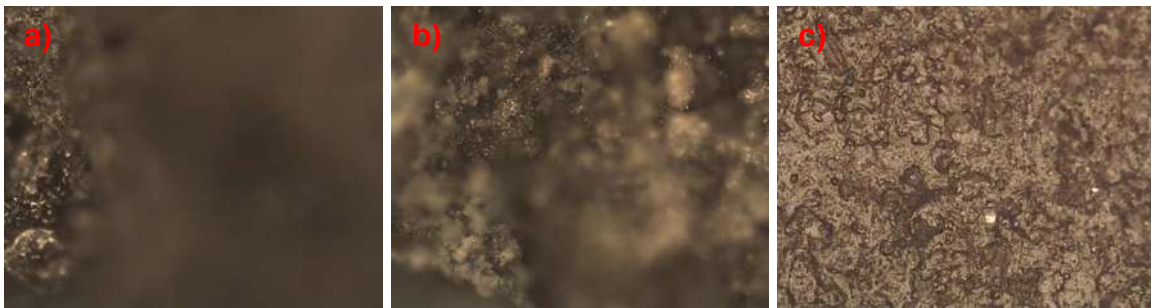


Figura 72. Microscopía Óptica, Escala 20x0.40 Mp3 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

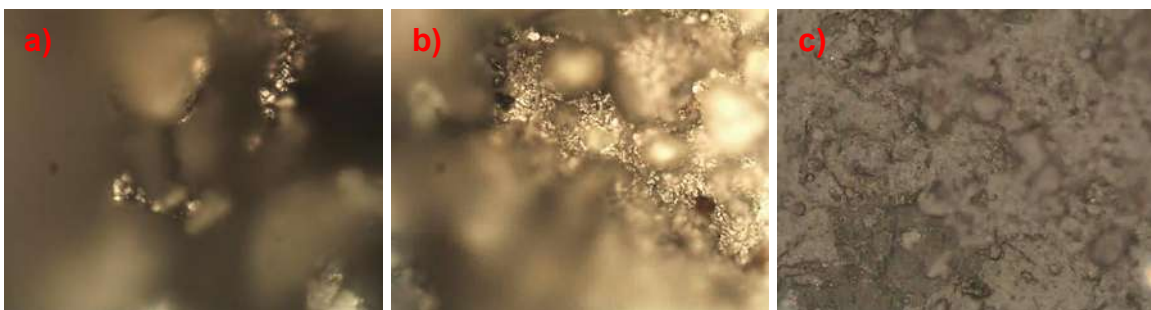


Figura 73. Microscopía Óptica, Escala 50x0.75 Mp3 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

Las figuras 74-77 muestra la aleación de Ti-Ta-Sn con NTC's con porosidad de 30% en 3 zonas diferentes a 4 escalas diferentes.

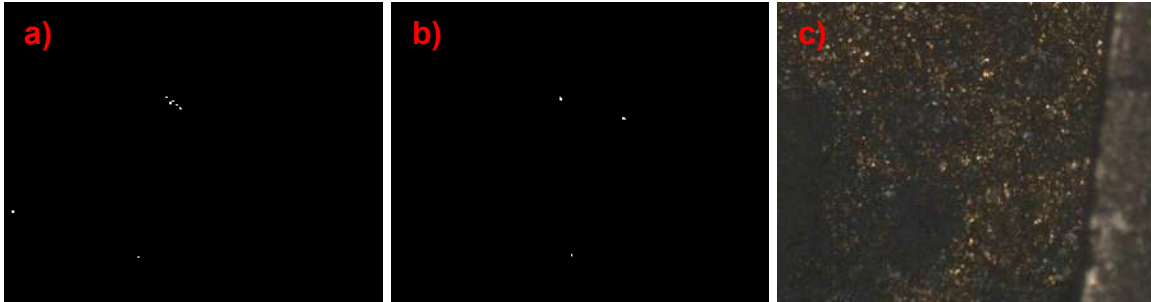


Figura 74. Microscopía Óptica, Escala 5x0.10 Mp4 a) ZA, b) ZB y c) ZC.

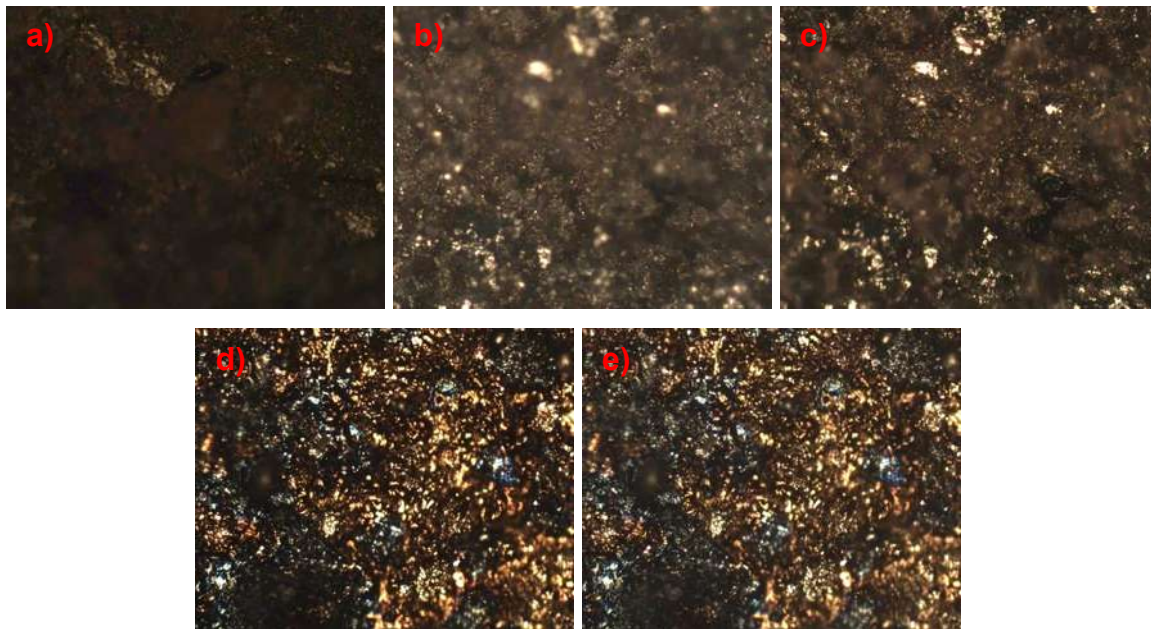


Figura 75. Microscopía Óptica, Escala 10x0.25 Mp4 a) ZA, b) ZB, c) ZB-1, d) ZC y e) ZC-1.

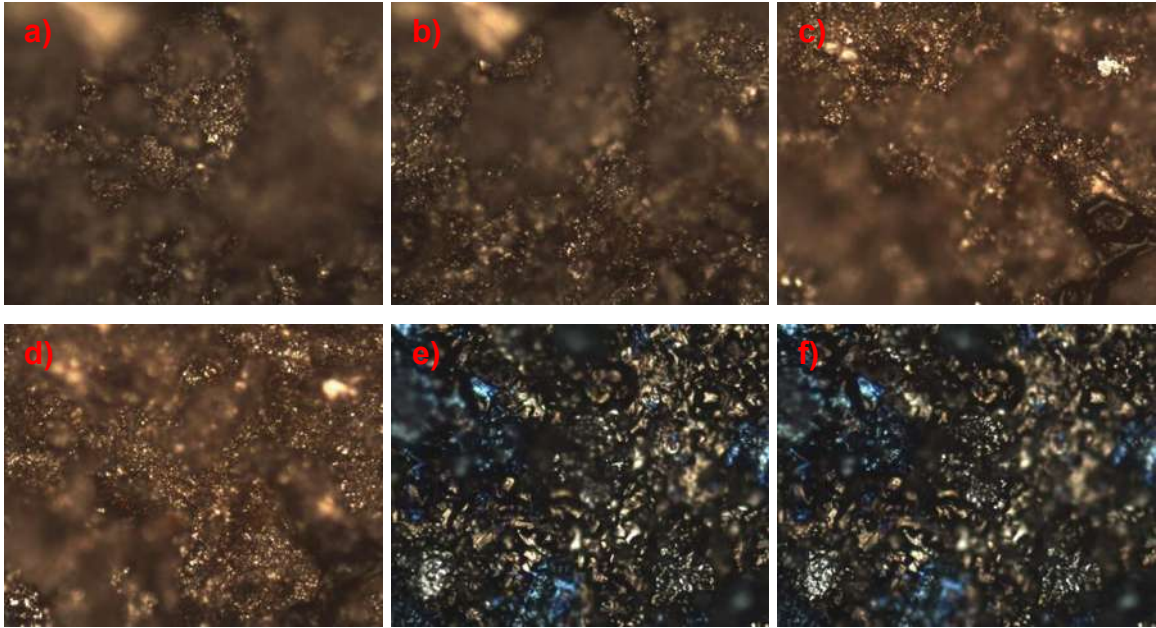


Figura 76. Microscopía Óptica, Escala 20x0.40 Mp4 a) ZA, b) ZA-1, b) ZB, c) ZB-1, d) ZC y e) ZC-1.

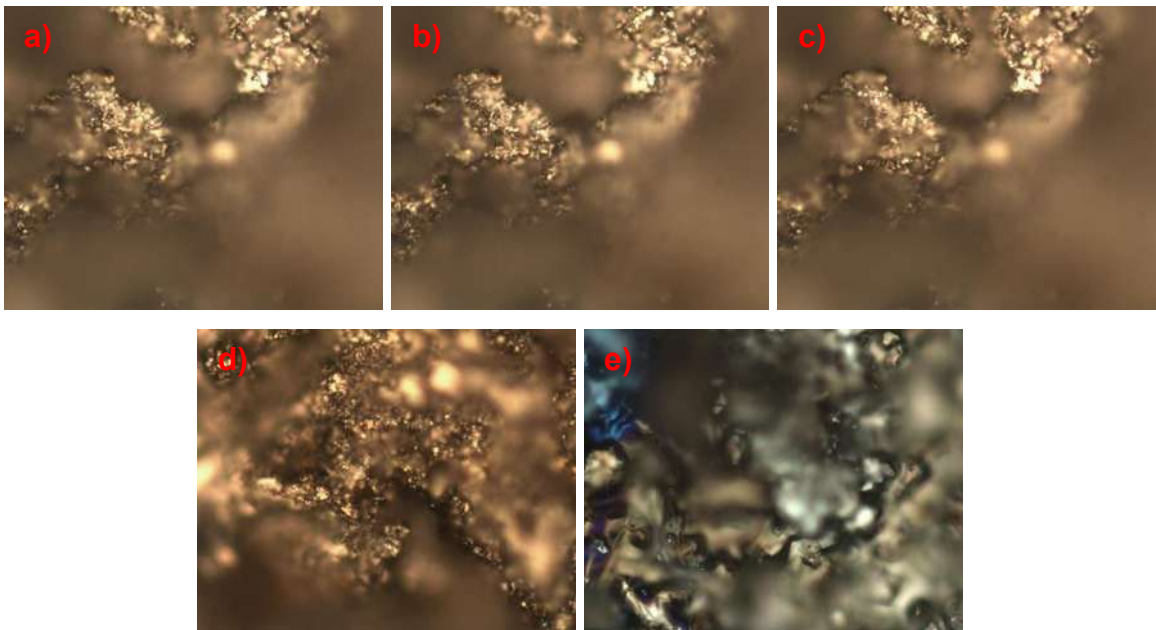


Figura 77. Microscopía Óptica, Escala 50x0.75 Mp4 a) ZA, b) ZA-1, c) ZA-2, d) ZB, e) ZB-1 y f) ZC

Las figuras 78-81 muestra la aleación de Ti-Ta-Sn con NTC's con porosidad de 40% en 3 zonas diferentes a 4 escalas diferentes.

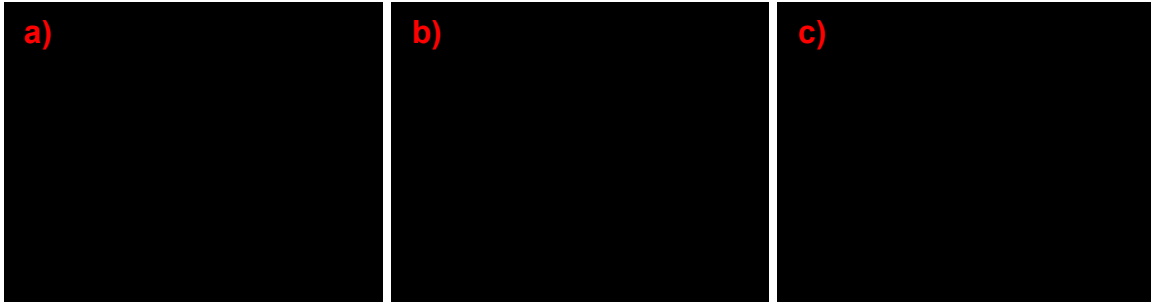


Figura 78. Microscopía Óptica, Escala 5x0.10 Mp5 a) ZA, b) ZB, y c) ZC.

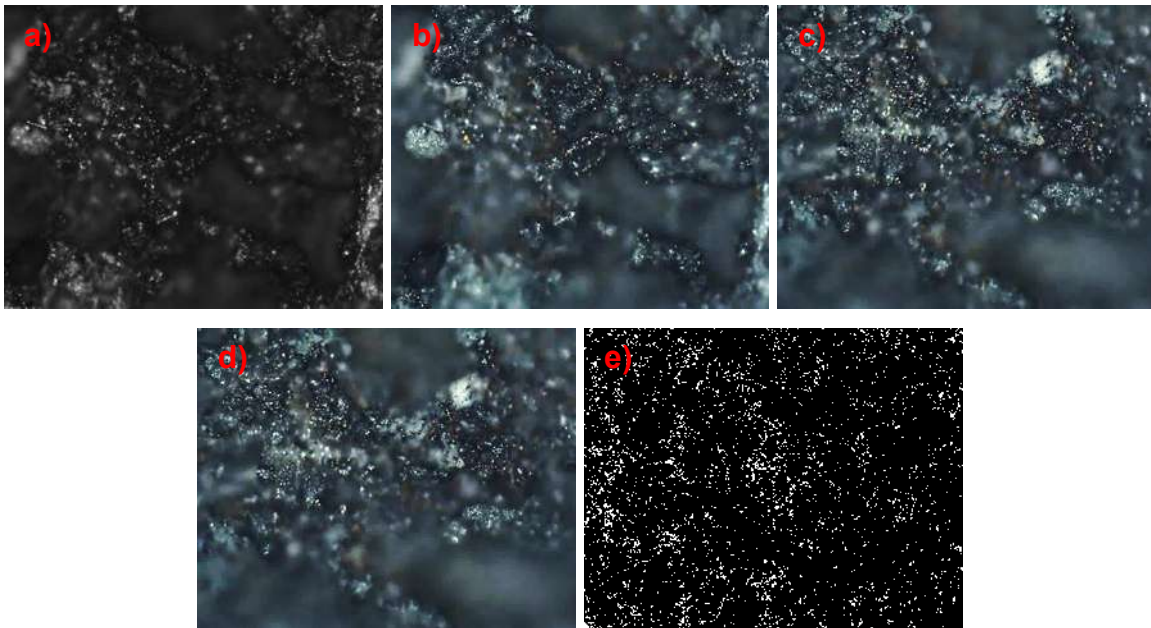


Figura 79. Microscopía Óptica, Escala 10x0.25 Mp5 a) ZA, b) ZA-1, c) ZB, d) ZB-1 y e) ZC.

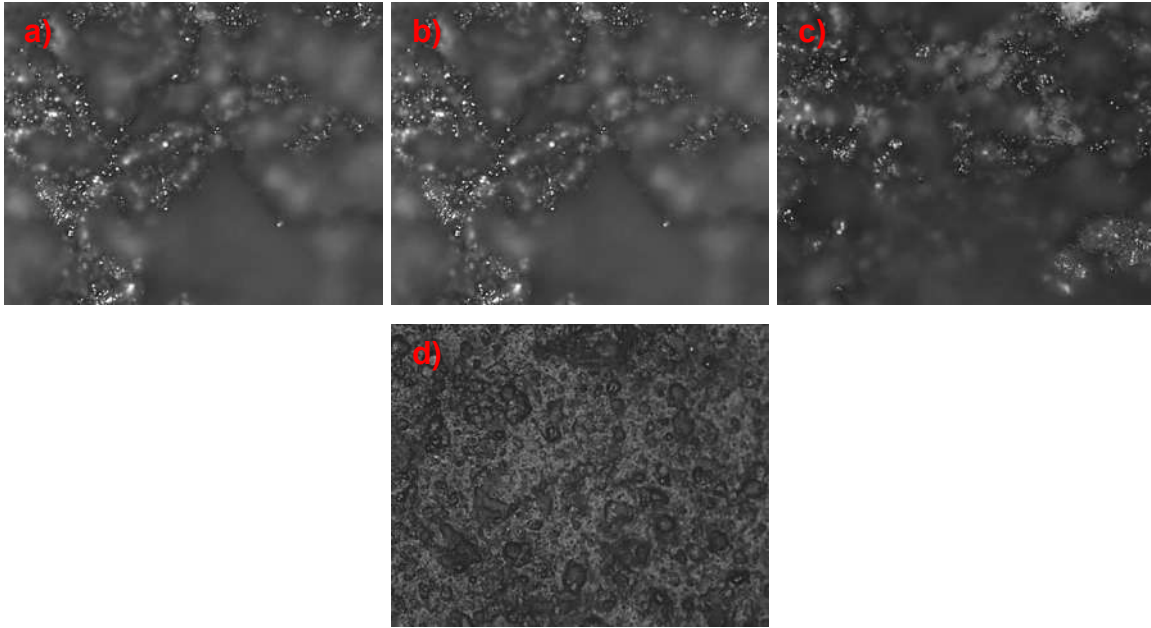


Figura 80. Microscopía Óptica, Escala 20x0.40 Mp5 a) ZA, b) ZA-1, c) ZB, y d) ZC.

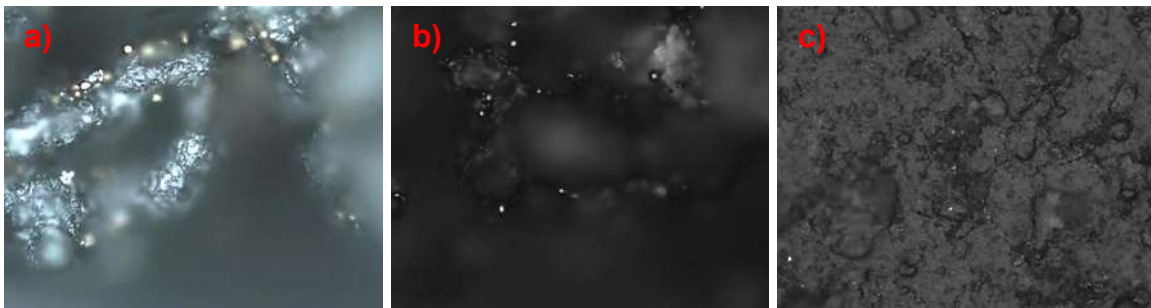


Figura 81. Microscopía Óptica, Escala 50x0.75 Mp5 a) ZA, b) ZB, y c) ZC.

4.2. Caracterización de las muestras de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

4.2.1. Preparación de las muestras

El procedimiento para la preparación de las probetas se realiza de la siguiente manera:

1. Fijación, se fija en un portamuestras de aluminio con cinta de carbón de doble adhesivo en la parte superior. Se rotulan en la parte lateral del

portamuestras de acuerdo a la clave asignada por el usuario con marcador indeleble punta fina.

2. Deshidratación, se puede deshidratar por medio de alcoholes graduados, que van desde 10% a 90% un cambio por 10 min c/u. Los tiempos de deshidratación dependen del tipo de muestra.
3. Montaje de la muestra, con ayuda de las pinzas se colocan las muestras de acuerdo a la nomenclatura que se le dio a cada una de ellas, se debe tener cuidado ya que la muestra puede ser dañada y cubrir la superficie de la estructura de la muestra.
4. Las muestras no pueden ser mayor a 1 cm³, Las muestras se introducen en la cámara de observación. Ver figura 82.

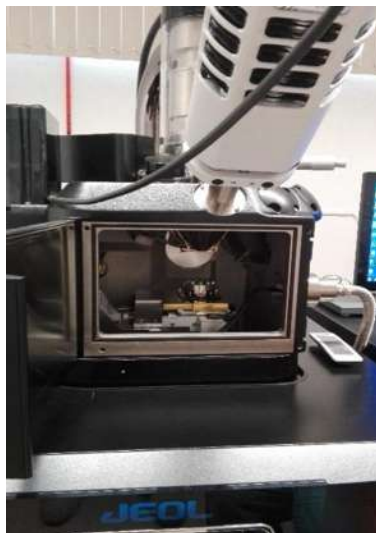
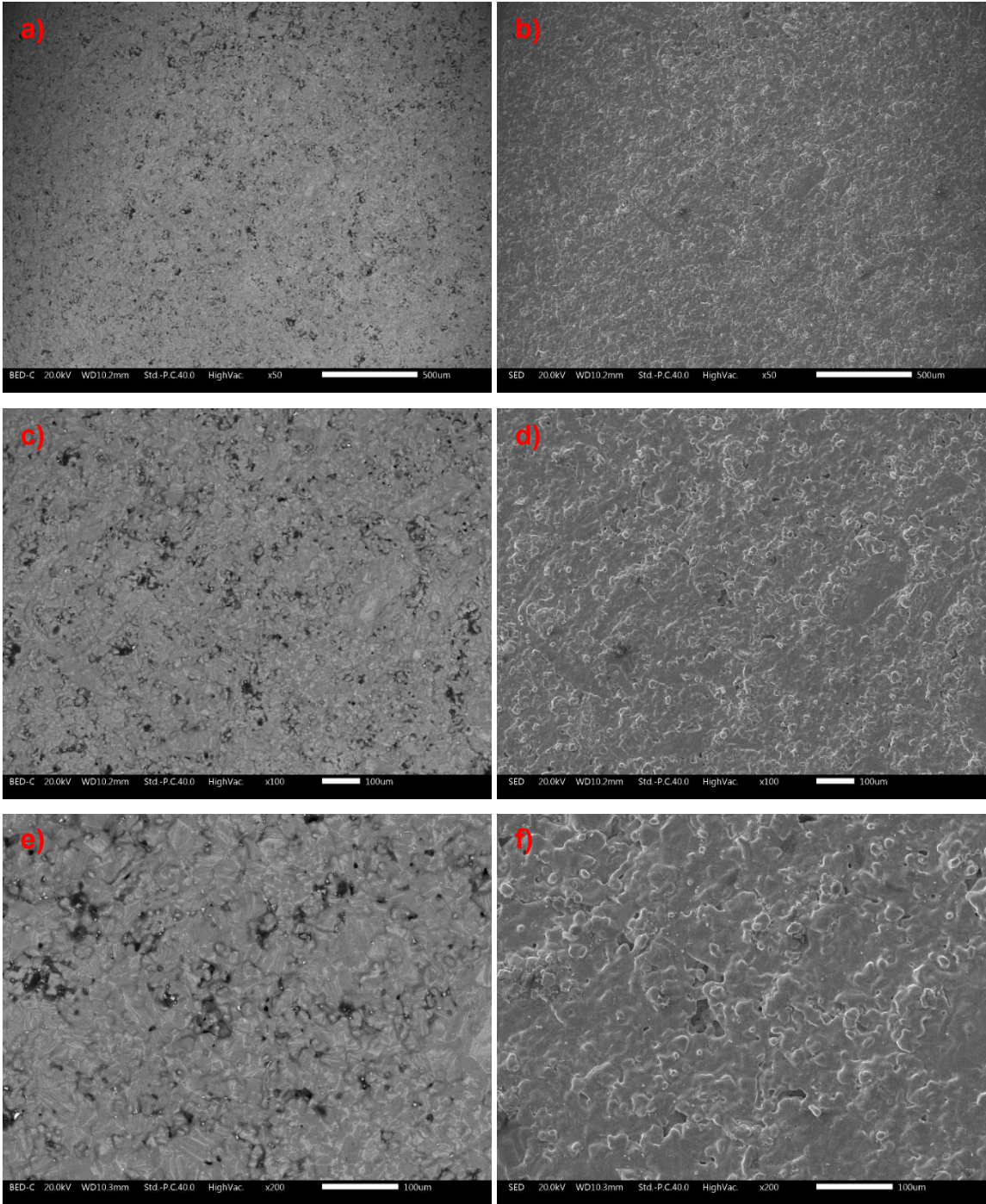


Figura 82. Cámara de observación MEB

4.2.2. Imágenes tomadas en el MEB

En la siguiente imagen 83, se presenta la caracterización de las muestras de Ti-Ta-Sn sin nanotubos de carbono. Las imágenes muestran la morfología y las posibles aleaciones generadas de acuerdo a la tonalidad de grises en cada una de las probetas caracterización por electrones retrodispersados (BED) y electrones

secundarios (SED), de la muestra de Ti-13%Ta-12%Sn 0% espaciador en diferentes magnificaciones 50x, 100x, 200x, 500x, 1000x y 2000x.



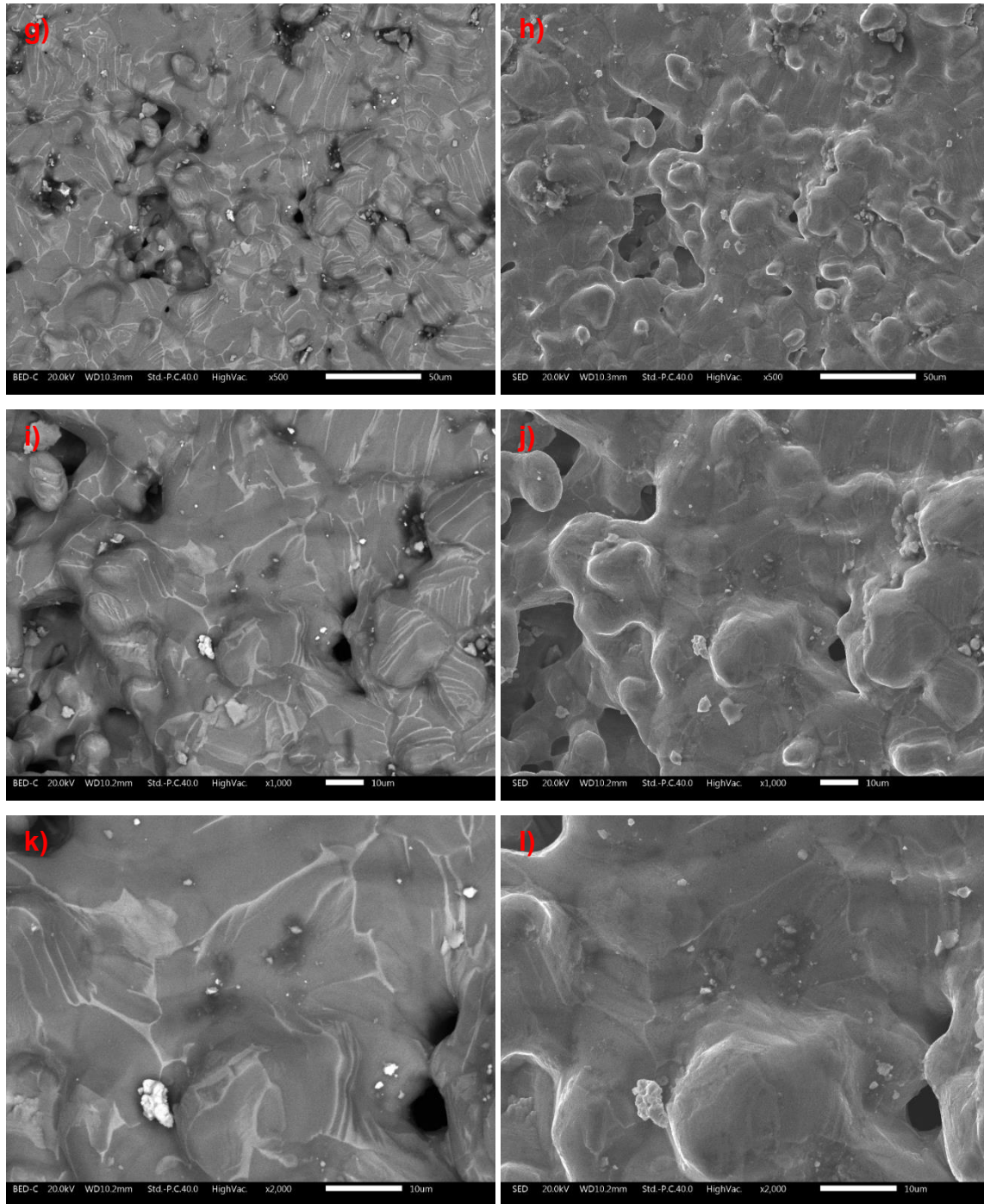
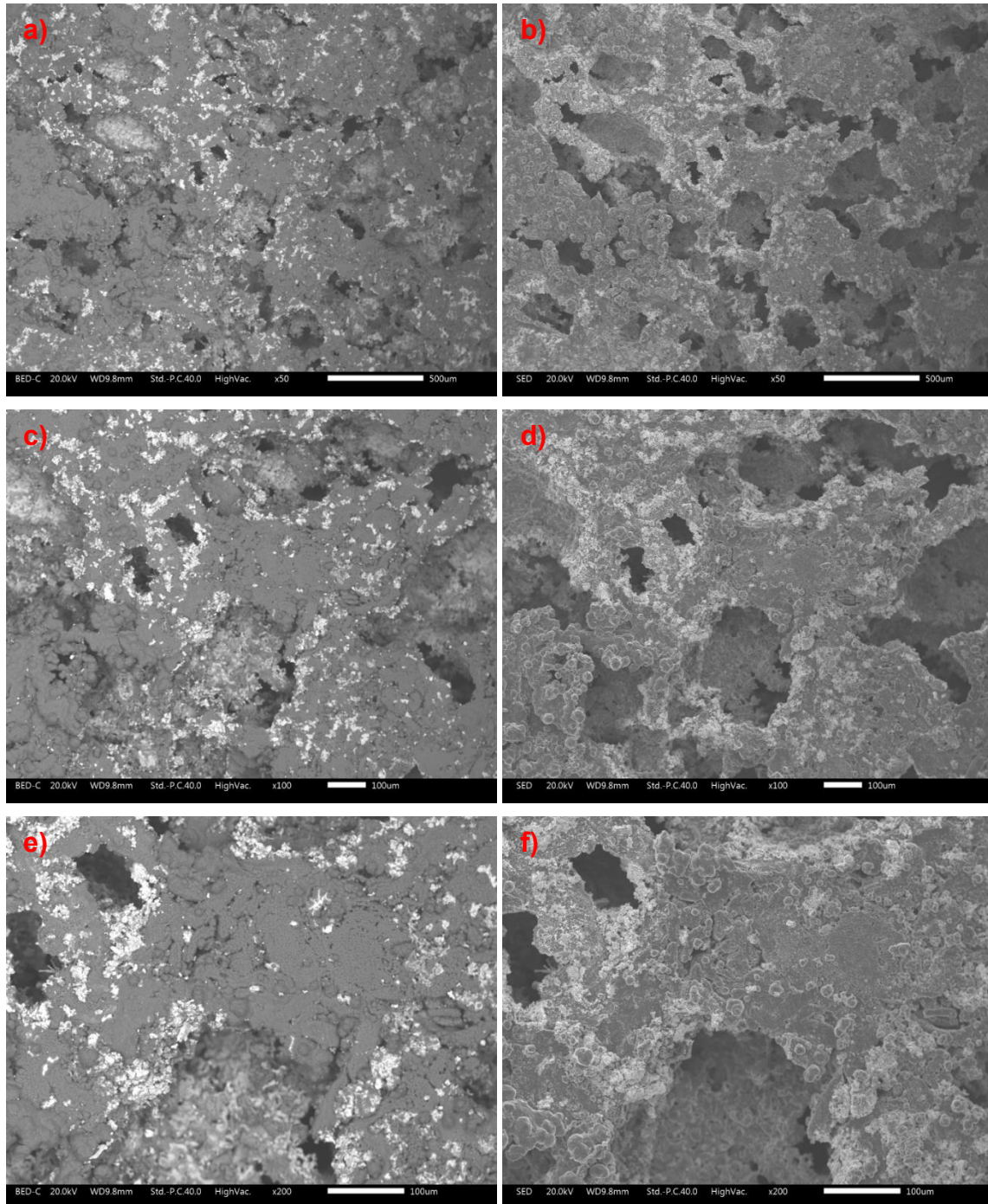


Figura 83. Micrografías de muestra de Ti-13%Ta-12%Sn 0% espaciador a diferentes magnificaciones

En la siguiente imagen 84, se presenta la caracterización de las muestras de Ti-Ta-Sn 30% de espaciador sin nanotubos de carbono. Las imágenes muestran la morfología y las posibles aleaciones generadas de acuerdo a la tonalidad de grises

en cada una de las probetas caracterización por electrones retrodispersados (BED) y electrones secundarios (SE), de la muestra de Ti-13%Ta-12%Sn 30% espaciador en diferentes magnificaciones 50x, 100x, 200x, 500x, 1000x y 2000x.



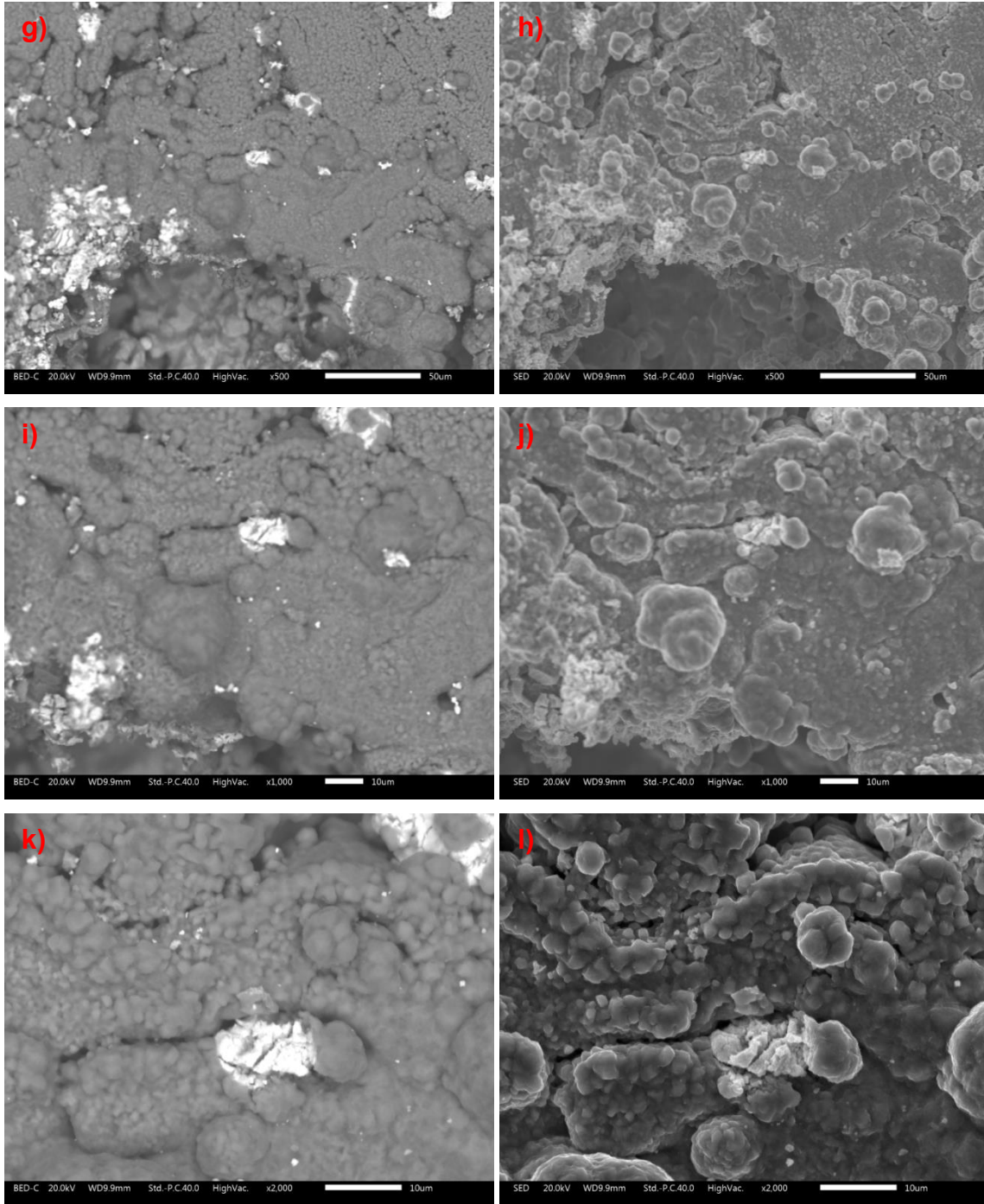
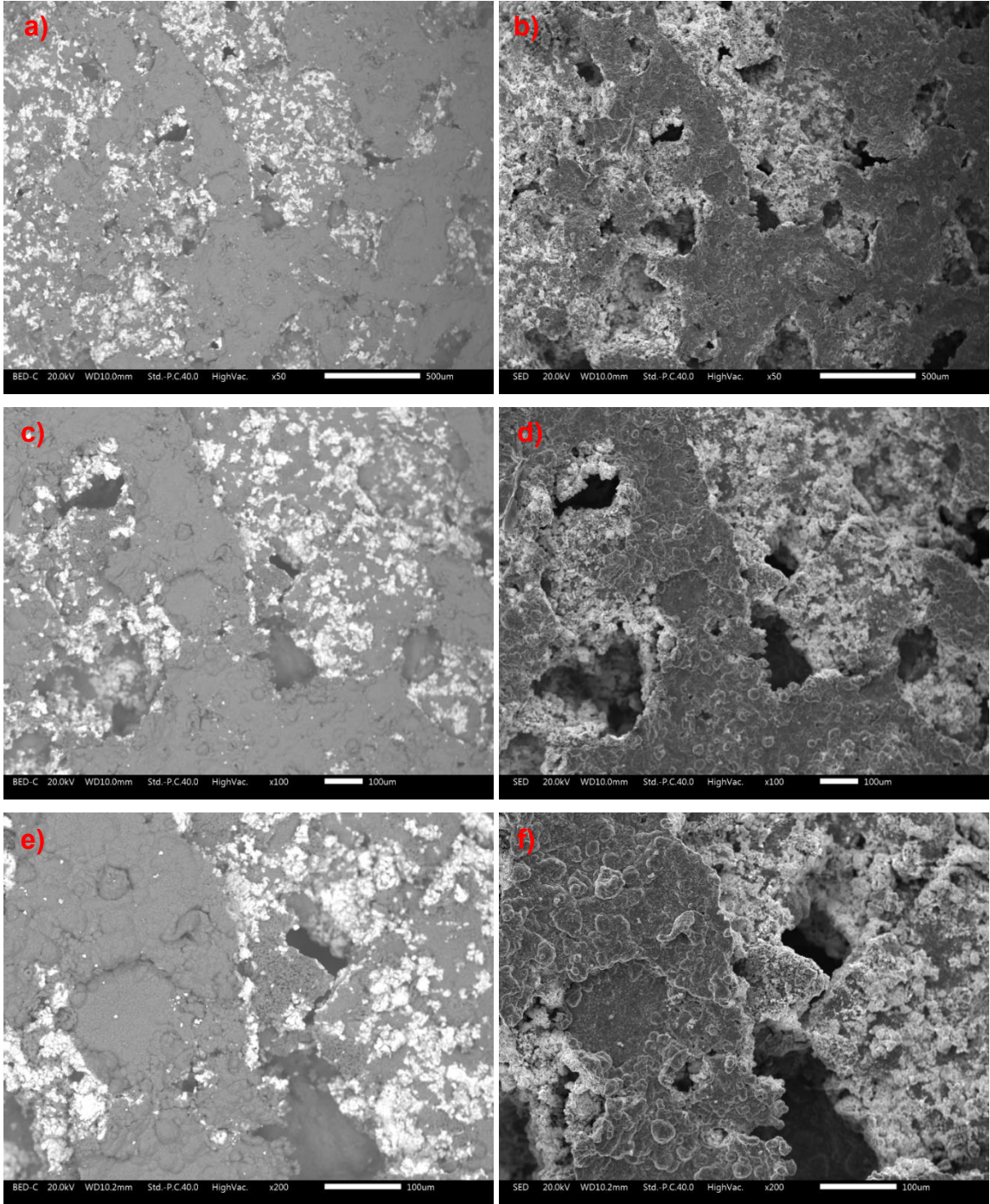


Figura 84. Micrografías de muestra de Ti-13%Ta-12%Sn 30% espaciador a diferentes magnificaciones

En la siguiente imagen 85, se presenta la caracterización de las muestras de Ti-Ta-Sn sin nanotubos de carbono con 40% de espaciador. Las imágenes muestran la morfología y las posibles aleaciones generadas de acuerdo a la tonalidad de grises

en cada una de las probetas caracterización por electrones retrodispersados (BED) y electrones secundarios (SE), de la muestra de Ti-13%Ta-12%Sn 30% espaciador en diferentes magnificaciones 50x, 100x, 200x, 500x, 1000x y 2000x.



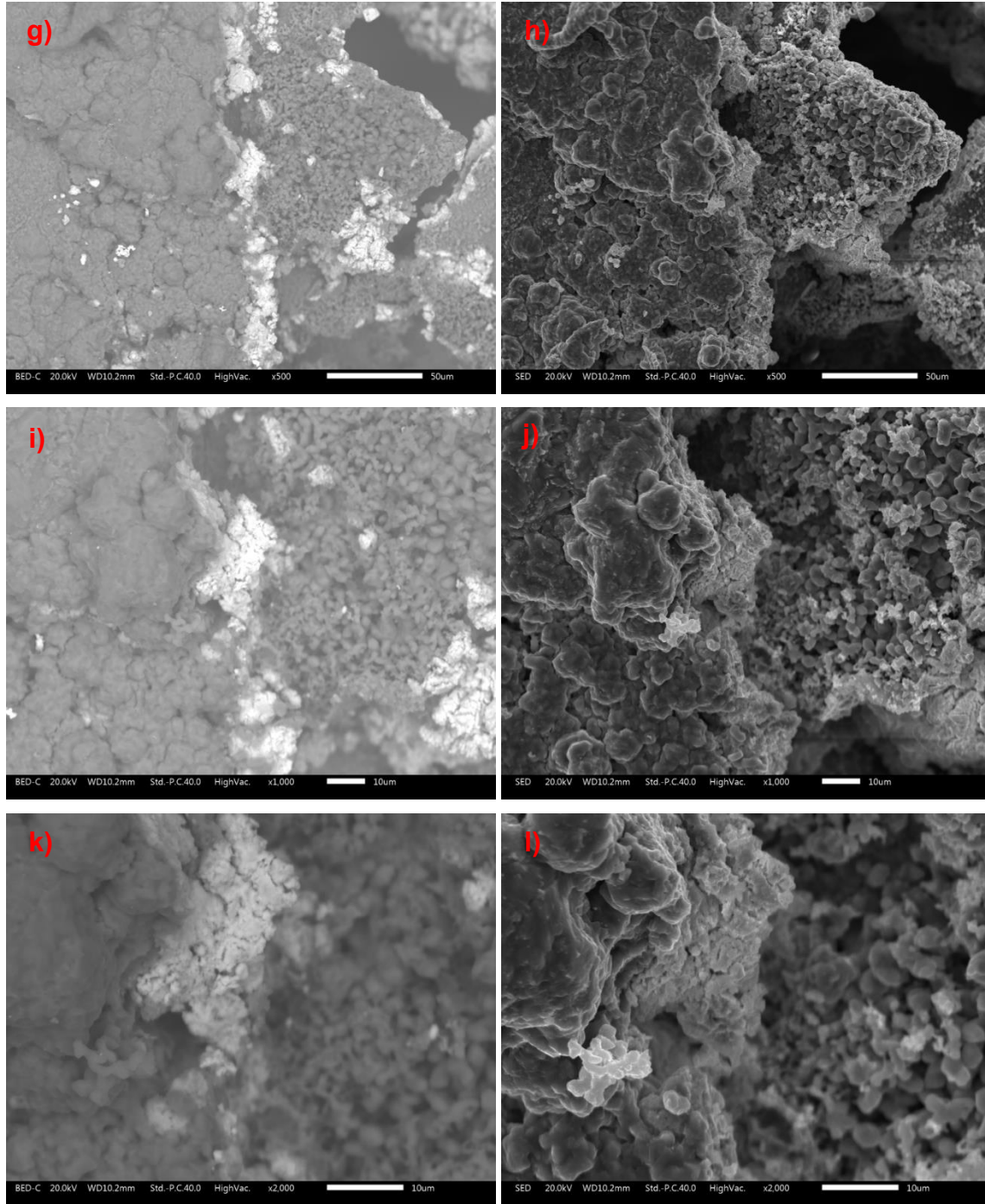


Figura 85. Micrografías de muestra de Ti-13%Ta-12%Sn 40% espaciador a diferentes magnificaciones

4.3 Caracterización con EDS

Se le realizó un microanálisis por energía dispersiva a la muestra Ti-Ta-Sn 0% espaciador, los resultados se muestran en la figura 86, Se observa que en todo el

efecto de la superficie y porosidad sobre las áreas la distribución de los elementos es homogénea, como se esperaba los elementos que predominan son el Ti, Ta y Sn, seguido por el oxígeno. Se observa que cada partícula contiene sustancialmente todos los elementos de partida, en la proporción en que se mezclaron entre sí.

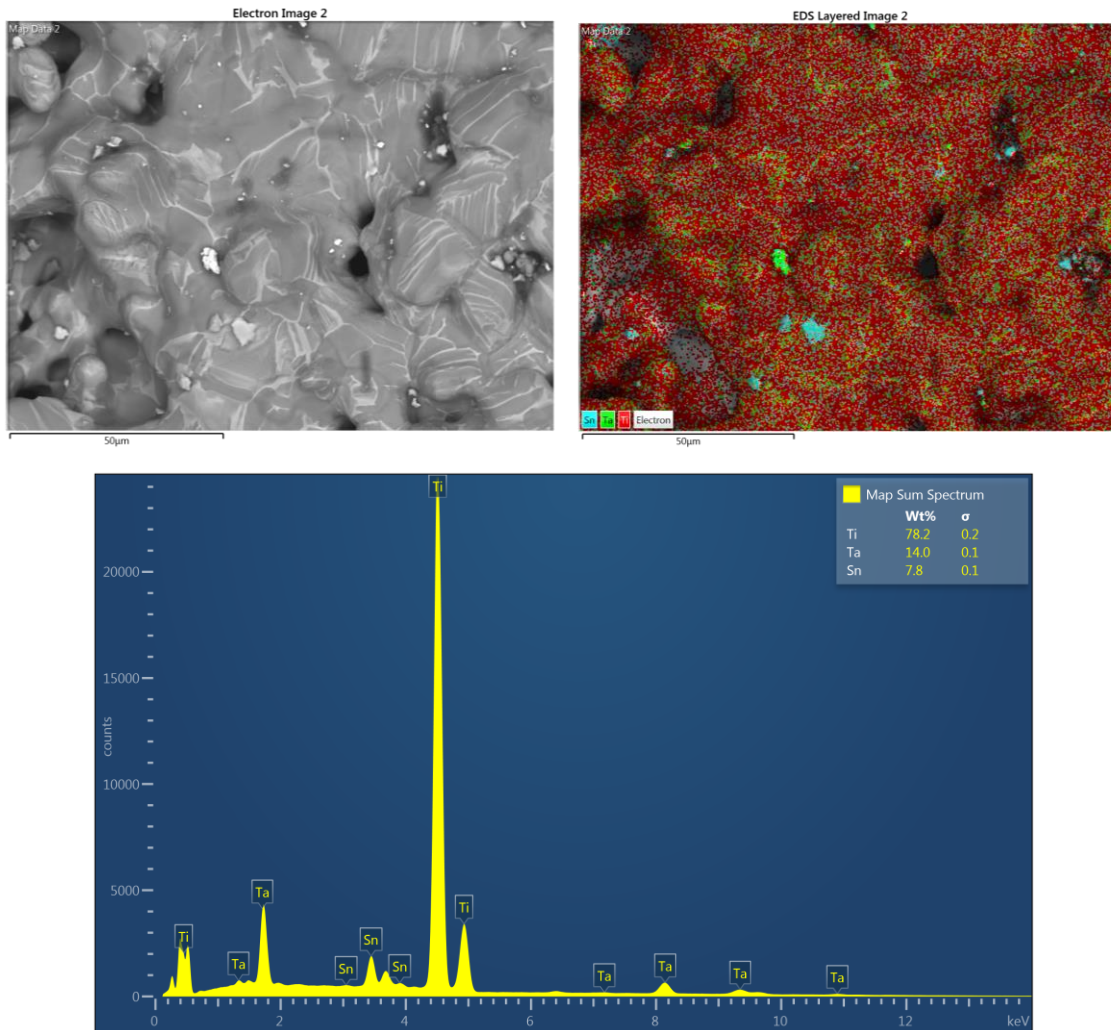


Figura 86. EDS de la muestra de Ti-Ta-Sn con 0% espaciador sin NTC's, donde corresponde al área de los polvos donde se realizó el EDS

En la figura 87, se muestra las micrografías de los elementos aleados de acuerdo a su nivel de energía y su Wt% en la aleación de forma puntual Ti 78.22 Wt%, Ta 13.96Wt% y Sn 7.82 Wt%

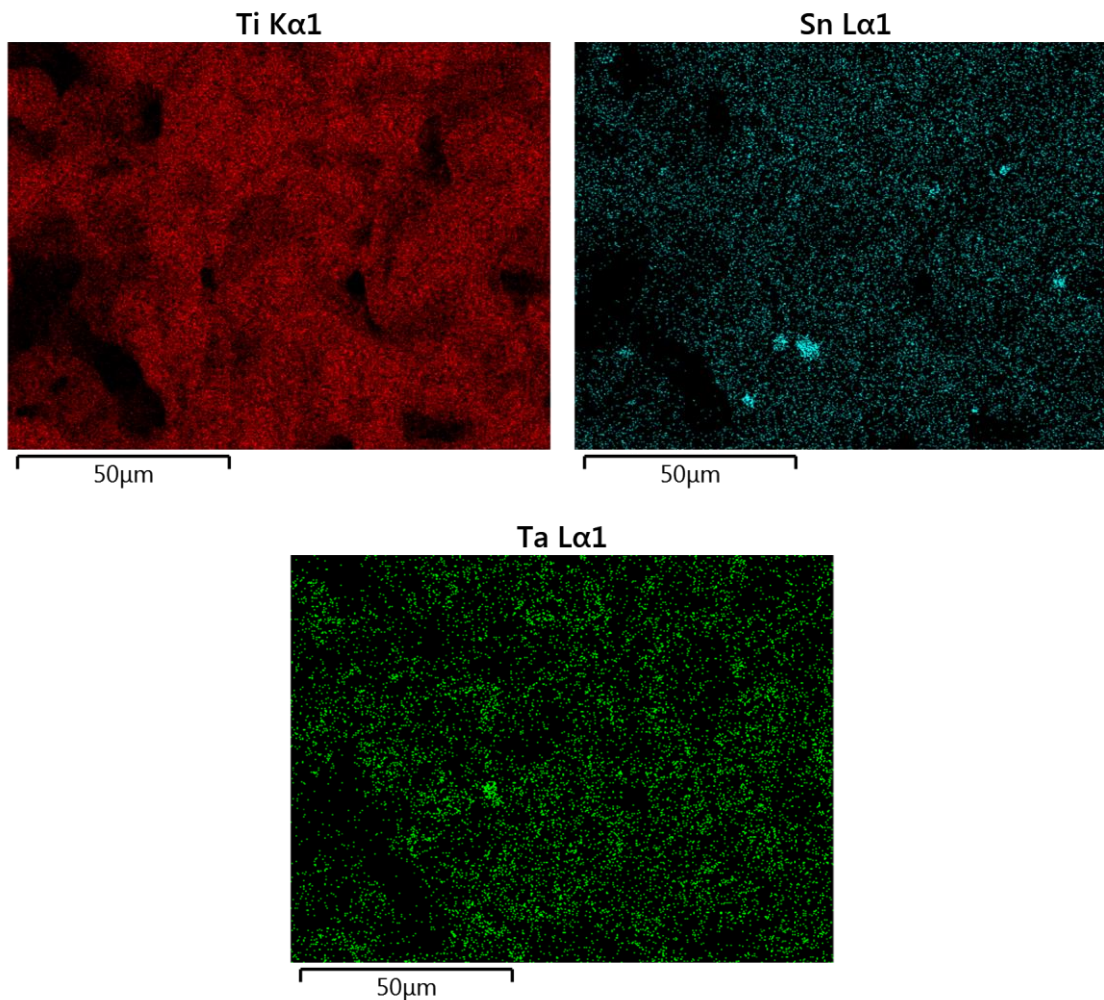


Figura 87. Elementos que se encuentran presentes en la muestra de Ti-Ta-Sn 0%, cada uno con un color característico y coloreado en el área donde se encuentra presente

Se le realizó un microanálisis por energía dispersiva a la muestra de Ti-Ta-Sn 30% espaciador, los resultados se muestran en la figura 88, Se observa que en todo el efecto de la superficie y porosidad sobre las áreas la distribución de los elementos es homogénea, como se esperaba los elementos que predominan son el Ti, Ta y Sn, seguido por el oxígeno. Se observa que cada partícula contiene sustancialmente todos los elementos de partida, en la proporción en que se mezclaron entre sí.

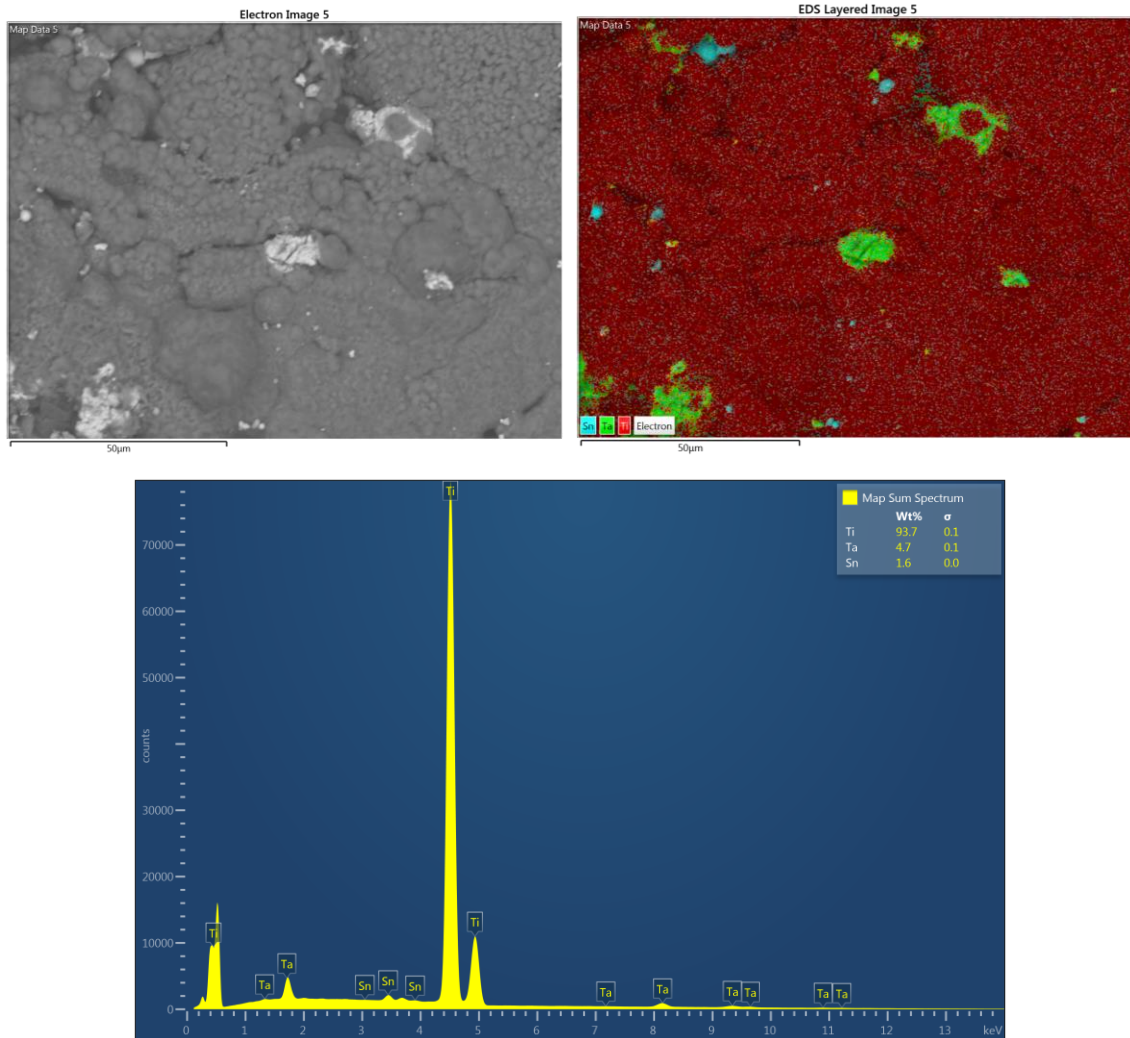


Figura 88. EDS de la muestra de Ti-Ta-Sn con 30% espaciador sin NTC's, donde corresponde al área de los polvos donde se realizó el EDS

En la figura 89, se muestra las micrografías de los elementos aleados de acuerdo a su nivel de energía y su Wt% en la aleación de forma puntual Ti 93.68 Wt%, Ta 4.69Wt% y Sn 1.63 Wt% estos pesos son de acuerdo al punto donde se tomó la imagen siempre dando como resultado el 100 Wt%.

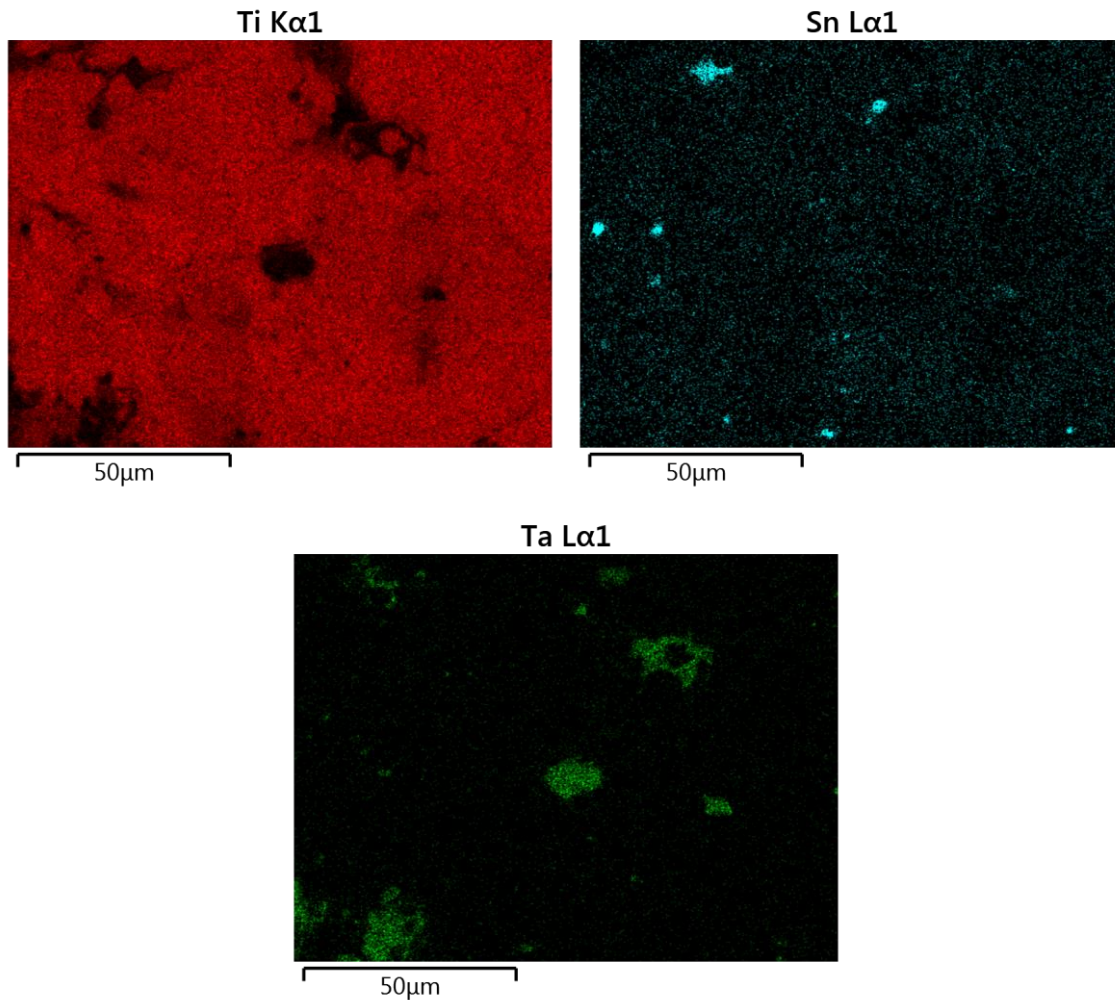


Figura 89. Elementos que se encuentran presentes en la muestra de Ti-Ta-Sn 30%, cada uno con un color característico y coloreado en el área donde se encuentra presente

Se le realizó un microanálisis por energía dispersiva a la muestra de Ti-Ta-Sn 40% espaciador, los resultados se muestran en la figura 90, Se observa que en todo el efecto de la superficie y porosidad sobre las áreas la distribución de los elementos es homogénea, como se esperaba los elementos que predominan son el Ti, Ta y Sn, seguido por el oxígeno. Se observa que cada partícula contiene sustancialmente todos los elementos de partida, en la proporción en que se mezclaron entre sí.

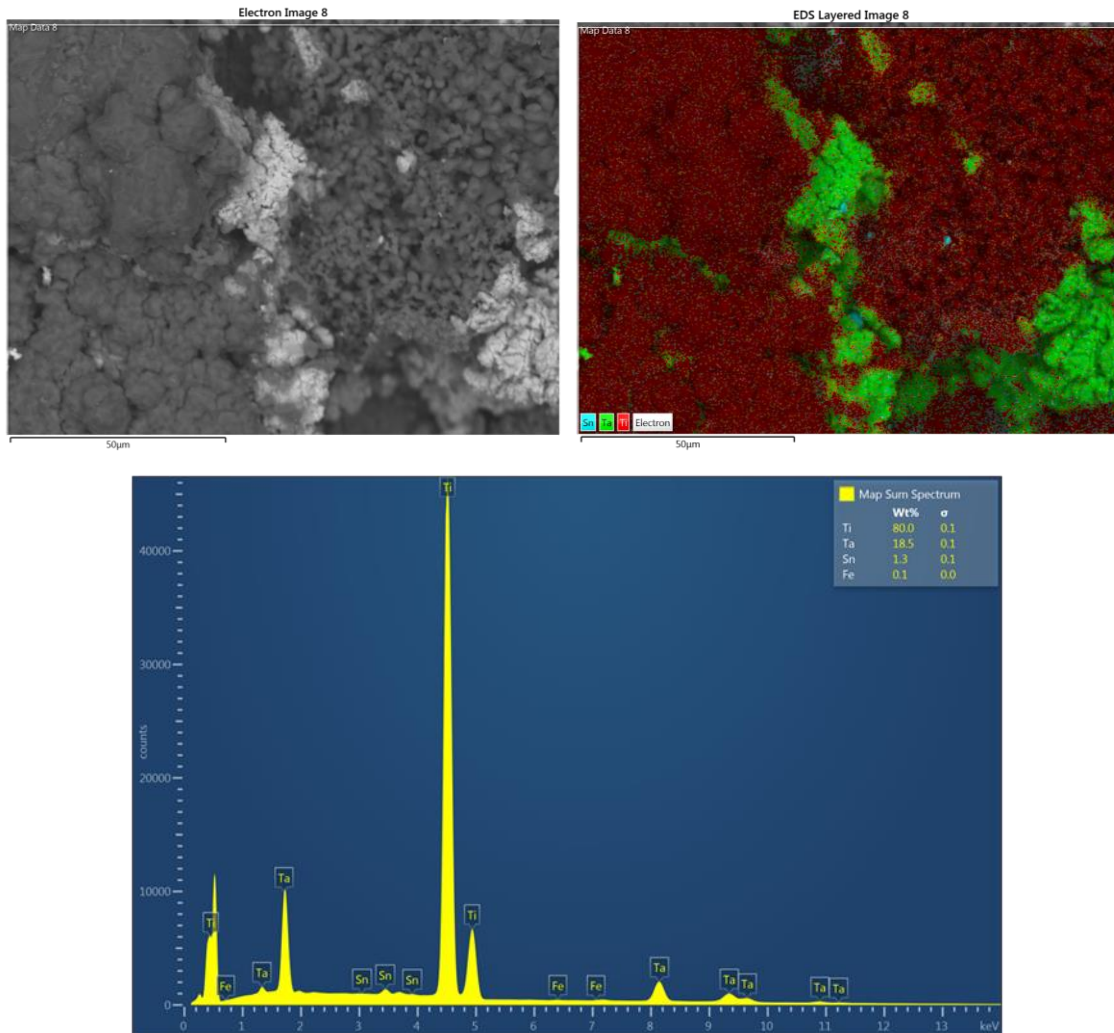


Figura 90. EDS de la muestra de Ti-Ta-Sn con 40% espaciador sin NTC's, donde corresponde al área de los polvos donde se realizó el EDS

En la figura 91, se muestra las micrografías de los elementos aleados de acuerdo a su nivel de energía y su Wt% en la aleación de forma puntual Ti 80.04 Wt%, Ta 18.47 Wt% y Sn 1.49 Wt% estos pesos son de acuerdo al punto donde se tomó la imagen siempre dando como resultado el 100 Wt%.

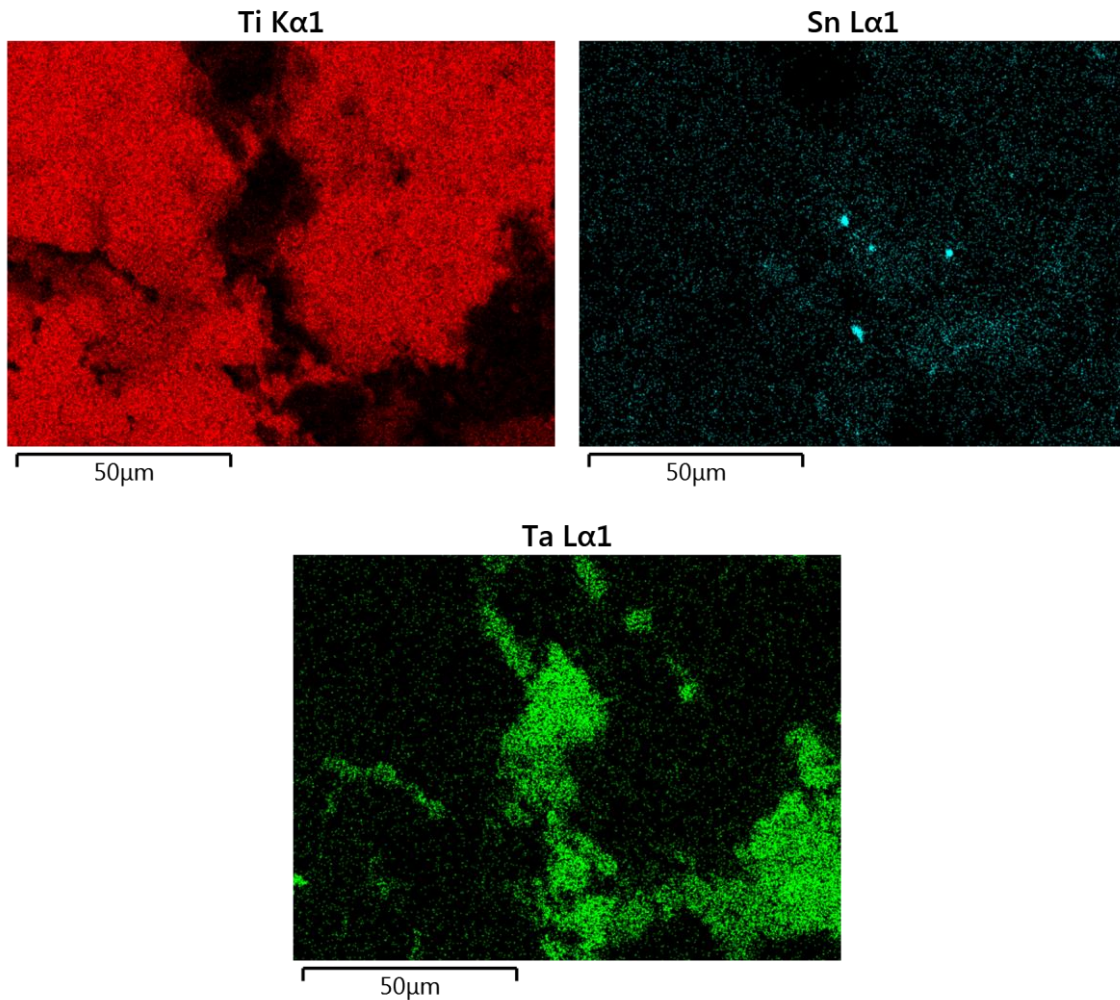


Figura 91. Elementos que se encuentran presentes en la muestra de Ti-Ta-Sn 40%, cada uno con un color característico y coloreado en el área donde se encuentra presente

4.4. Densidad

En la medicina se ha incrementado la necesidad de utilizar prótesis con materiales más ligeros con características de baja densidad y que cuenten también con propiedades mecánicas y químicas óptimas. Actualmente, la investigación se basa en espumas de titanio y se trata de disminuir el gasto de energía en la fabricación. Para obtener la densidad de nuestras espumas se utilizó el principio de Arquímedes. En la figura 92 a) balanza de Arquímedes y en la figura 92 b) se puede observar la probeta obteniendo peso al aire.

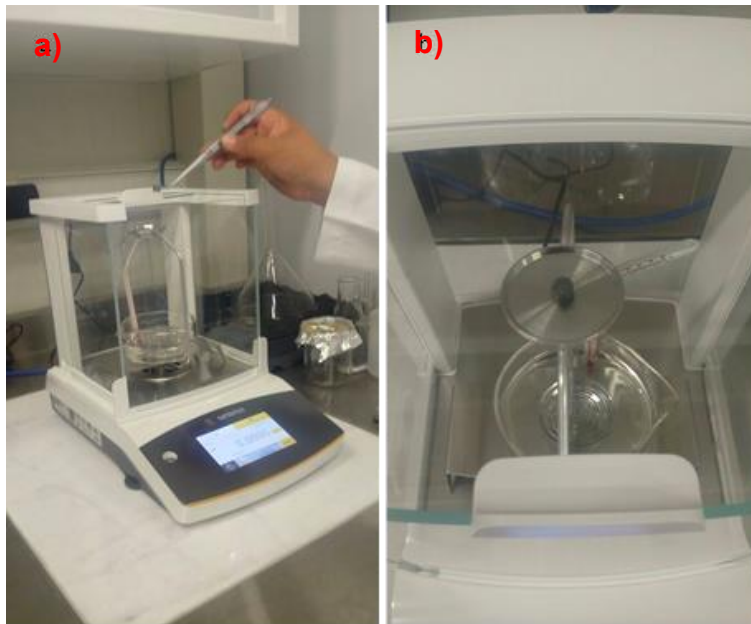


Figura 92. Realización de la Prueba de Arquímedes

En la figura 93 a) y b) se muestra la probeta sumergida en fluido (alcohol). Y se obtuvo la densidad de cada una de las probetas el cual este dato es necesario para el cálculo de densidad. También se puede observar el termómetro el cual por medio de tablas se obtiene un valor de acuerdo a la temperatura que se encuentra el líquido, la densidad del aire y obtener con precisión la densidad de cada probeta.

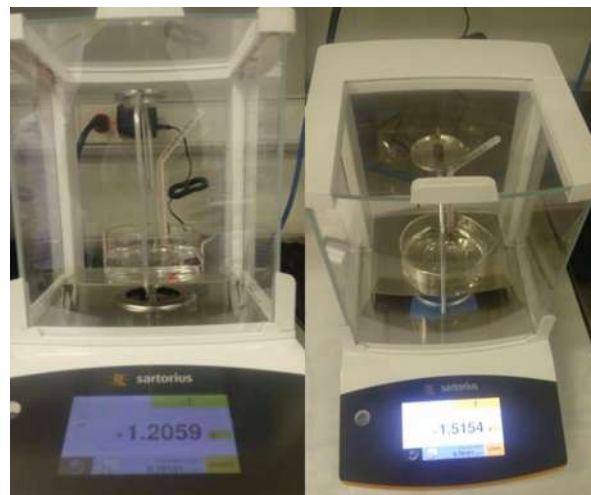


Figura 93. Probetas sumergidas en fluido (alcohol)

La ecuación 1 se aplicó para el cálculo de densidad por principio de Arquímedes

$$\rho = \frac{W(a)*[\rho(fl)-\rho(a)]}{[W(a)-W(fl)]\text{corr}} + \rho(a) \quad (1)$$

Donde:

ρ = densidad (g/cm³)

$\rho(a)$ = densidad del aire (constante 0.0012 g/cm³)

$\rho(fl)$ = densidad del fluido (varía de acuerdo al fluido y temperatura del mismo, por tabla) (g/cm³)

$w(a)$ = Peso en aire (g)

$w(fl)$ = Peso en fluido (g)

$corr$ = factor de corrección (constante 0.99988)

En la tabla 8, se observa los resultados aplicando la ecuación 1, para obtener la densidad de las muestras de Ti-Ta-Sn sin NTC's con diferente porosidad 0%, 30% y 40%.

Tabla 8. Densidad de probetas sin nanotubos de carbono

	W(a)			W(a)Prom	W(fl)	T	ρ
M1Bk	1.88	1.88	1.88	1.88	1.62	22	5.63
M2Bk	2.18	2.18	2.18	2.18	1.90	24	6.10
M3E30	1.57	1.56	1.57	1.57	1.33	23	5.31
M4E30	1.61	1.61	1.61	1.61	1.36	25	5.14
M5E40	1.78	1.78	1.78	1.78	1.51	24	5.20
M6E40	1.59	1.59	1.59	1.59	1.35	25.5	5.34
M7Bk	0.92	0.92	0.92	0.92	0.80	24.5	6.06
M8Bk	0.81	0.81	0.81	0.81	0.70	26	5.93
M9E30	0.63	0.63	0.63	0.63	0.54	25	5.35
M10E30	0.48	0.48	0.48	0.48	0.41	25	5.14
M11E40	0.55	0.55	0.55	0.55	0.46	21	5.24
M12E40	0.52	0.52	0.52	0.52	0.44	25	5.09

M13Bk	2.50	2.50	2.50	2.50	2.18	22	6.10
M14Bk	2.16	2.16	2.16	2.16	1.89	25.5	6.16
M15E30	1.76	1.76	1.76	1.76	1.49	24	5.28
M16E30	1.41	1.41	1.41	1.41	1.19	21	5.11
M17E40	1.50	1.50	1.50	1.50	1.28	25	5.44
M18E40	1.42	1.42	1.42	1.42	1.20	25.5	5.16

En la tabla 9, se observa los resultados aplicando la ecuación 1, para obtener la densidad de las muestras de Ti-Ta-Sn con NTC's con diferente porosidad 0%, 30% y 40%.

Tabla 9. Densidad de probetas con nanotubos de carbono

	W(a)			w(a)Prom	W(fl)	T	ρ
M1BkAL	2.52	2.52	2.52	2.52	2.20	26	6.09
M2BkAL	2.58	2.58	2.58	2.58	2.25	27	6.11
M3E30AL	1.79	1.79	1.79	1.79	1.51	27	4.98
M4E30AL	1.84	1.84	1.84	1.84	1.55	25.5	5.07
M5E40AL	1.53	1.53	1.53	1.53	1.30	26	5.25
M6E40AL	1.43	1.43	1.43	1.43	1.22	26	5.24
M7BkAL	0.89	0.89	0.89	0.89	0.78	25.5	6.10
M8BkAL	0.88	0.88	0.88	0.88	0.77	27	6.02
M9BkAL	0.60	0.60	0.60	0.60	0.51	24	5.28
M10E30AL	0.65	0.65	0.65	0.65	0.55	22	5.35
M11E40AL	0.52	0.52	0.52	0.52	0.44	22	5.20
M12E40AL	0.54	0.54	0.54	0.54	0.46	24	5.43
M13BkAL	2.25	2.25	2.25	2.25	1.95	25	5.94
M14BkAL	2.42	2.42	2.42	2.42	2.10	25.5	6.02
M15E30AL	1.76	1.76	1.76	1.76	1.49	26	5.16
M16E30AL	1.71	1.71	1.71	1.71	1.44	26.5	5.08
M17E40AL	1.33	1.33	1.33	1.33	1.11	27.5	4.74
M1840AL	1.34	1.34	1.34	1.34	1.11	28	4.56

Los resultados de densidad fueron excelentes debido a que cada elemento tuvo una densidad de acuerdo a los materiales que se requieren para aplicaciones biomédicas. En las tablas se 8 y 9 se ocuparon 6 densidades por tabla para realizar los cálculos para obtener el módulo elástico.

4.5. Caracterización por Ultrasonido (prueba mecánica no destructiva)

En este trabajo se ha realizado ultrasonido a las probetas que son de Base Ti aleado con tantalio y estaño algunas otras con aditivo de nanotubos de carbono. Las espumas son con 30 y 40% de espaciador. Se utilizaron 12 probetas en las siguientes condiciones para obtener las medias precisas de la velocidad ultrasónica. Para conocer los factores que afectan la variación en la velocidad de la onda, la aleación metálica ha sido examinada anteriormente por difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB). En esta prueba de ultrasonido, las probetas de Ti en relación al material comercial 316L, cambio considerablemente el tiempo con respecto a la velocidad. En particular, estudiamos las propiedades físicas del material. La medición de la dureza, es un parámetro importante para la obtención de las propiedades mecánicas de las aleaciones metálicas base Ti. La velocidad de onda de corte exhibió una interacción más fuerte con características microestructurales y subestructurales como comparado con el de las ondas longitudinales. El método de ultrasonido utilizado para la determinación del módulo de Young de las muestras se realiza bajo la norma ASTM E494–15. Este procedimiento está diseñado para materiales sólidos de 5 mm (0,2 pulg.) de espesor o más. Las superficies normales a la dirección de propagación de energía serán paralelas a al menos $\pm 3^\circ$. El acabado de la superficie para las mediciones de velocidad será de $3.2 \mu\text{m}$ (125 $\mu\text{in.}$) raíz media cuadrada (rms) o más suave. Las mediciones de velocidad ultrasónica son útiles para determinar varias propiedades importantes del material, como el módulo de elasticidad o módulo de Young, Ec. 2. la relación de Poisson, la impedancia acústica y varias otras propiedades, así como coeficientes útiles que se pueden calcular para materiales sólidos con las

velocidades ultrasónicas si se conoce la densidad. La medición se llevó a cabo en el Instituto de Investigaciones de Materiales y Metalurgia de la UMSNH, utilizando una fuente emisora de la onda acústica y un receptor de la misma. Se utilizaron transductores piezoeléctricos de contacto de onda cortante de incidencia normal de un solo elemento el cual introduce ondas cortantes directamente en la pieza de prueba sin el uso de conversión de modo de onda refractada. Dado el tamaño de las probetas se optó por utilizar los transductores con frecuencia de 5 MHz, 0.25 pulg. de diámetro del elemento de corte de onda de cizallamiento SWC. Figura 94.



Figura 94. Transductores

El pulsador-receptor Mca. OLYMPUS, modelo 5072PR de onda cuadrada genera un ancho de banda ultrasónico de 35 MHz (-3 dB) y pulsador de pico proporciona una excitación óptima de banda ancha resultando una recuperación superior al dominio del tiempo especialmente en las frecuencias entre 15MHz a 30MHz, figura 95 a). La señal de emisión como recepción fueron adquiridas por el osciloscopio digital para ultrasonido de pulso-eco Mca. LECROY 432, cuya sensibilidad temporal es de 1 ns, figura 95 b).

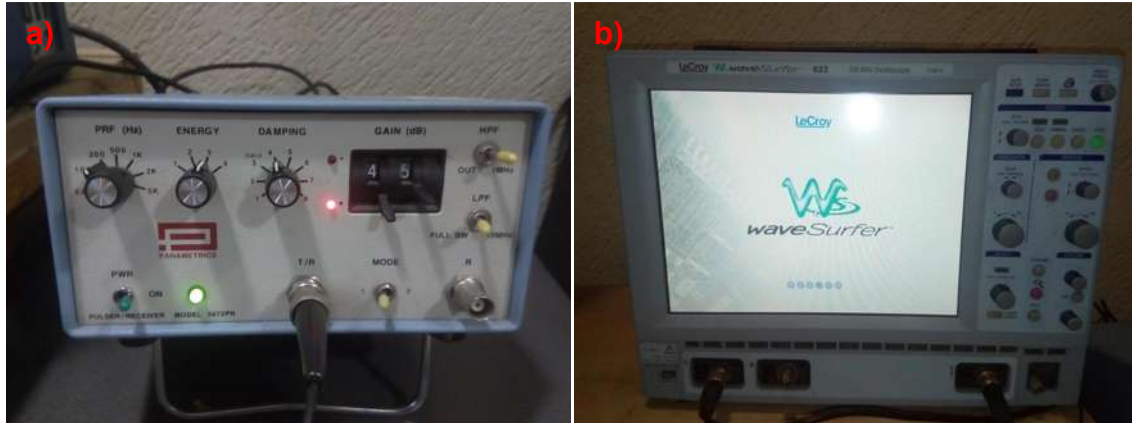


Figura 95. a) pulsador- receptor, b) Osciloscopio digital para ultrasonido

Para la realización de esta caracterización se realizó anteriormente el ensayo de densidad aparente de las muestras sinterizadas se midió por Método de inmersión de Arquímedes. El cual el valor de densidad será ocupado para el cálculo de la velocidad ultrasónica (V_u). Ecuación 2. Debemos conocer el material que se va a caracterizar si es un material acústicamente suave como el aluminio ya que tiene impedancia baja y un material acústicamente duro como el titanio tiene impedancia alta; para aumentar la penetración de la frecuencia esta debe ser menor. La forma en que trabaja esta técnica es que el pulsador manda una señal de ida y esta misma señal regresa la cual genera 2 distancias Ida-regreso esto lo hace de forma repetitiva. Es necesario comentar que la frecuencia que se maneja para estas pruebas es de 0.1 MHz a 25 MHz mientras más pequeña sea la frecuencia mayor el diámetro del traductor.

Para obtener la V_u utilizamos la siguiente ecuación:

$$V_u = 2d/t \quad (2)$$

Donde

V_u = Velocidad ultrasónica

d = distancia o longitud del material

t = tiempo que tardo el pulso-eco

Al obtener el t de la medición podemos sustituirla en la ecuación 2 y obtener la V_u posteriormente el resultado de la Ec.2 se sustituye en la ecuación 3 de modulo elástico.

$$E = V_u^2 \rho \quad (3)$$

Donde

E = Modulo elástico o Modulo de Young

V_u^2 = Velocidad ultrasónica

ρ = Densidad del material

En las siguientes figuras 96 a-f, se muestra la medición de las probetas el cual nos dio un tiempo de pulso-eco esto quiere decir que la señal viajo de ida-regreso los valores se mostraran en la siguiente Tabla 6.

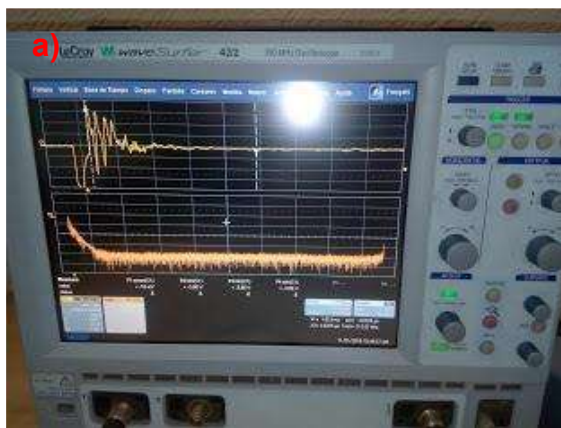




Figura 96. Obtención de la señal pulso-eco de las probetas

Para el cálculo de C_d y C_s para obtención de Modulo elástico y Modulo de Corte se utilizó la ecuación 4.

$$\frac{C_d}{C_s} = \sqrt{\frac{2 - 2\nu}{1 - 2\nu}} \quad (4)$$

Donde

C_d = velocidad longitudinal

C_s = velocidad transversal

ν = coeficiente de Poisson (constante 0.34)

$$E = \nu^2 \rho \quad (5)$$

Donde

E = Modulo Elástico

v = velocidad longitudinal

ρ = densidad

Tabla 10. Obtención del Módulo Elástico

	g/cm ³	micro- segundos	mm	Emisor Receptor	Cd Vel.	GPa Modulo
Muestra	Densidad	Incremento del tiempo	Espesor	Transductor	Longitudinal	Elástico
M1P1	5.63	3.98	8000	2	4020.10	91.10
M2P1	5.31	3.99	8000	2	4010.02	85.46
M3P1	5.20	3.42	8000	2	4678.36	11.39
M1A1	6.09	3.400	8000	2	4705.88	134.93
M3A1	4.98	3.7	8000	2	4324.32	93.17
M5A1	5.25	3.71	8000	2	4312.66	97.67
M7P1	6.10	3.71	8000	2	4312.66	113.62
M7P2	6.16	3.72	8000	2	4301.07	114.00
M8P1	5.28	3.8	8000	2	4210.52	93.727202
M8P2	5.11	0	8000	2	#DIV/0!	#DIV/0!
M9P1	5.44	0	8000	2	#DIV/0!	#DIV/0!
M9P2	5.16	0	8000	2	#DIV/0!	#DIV/0!
M13A1	5.94	0	8000	2	#DIV/0!	#DIV/0!
M14A1	6.02	2.88	8000	2	5555.55	186.08
M15A1	5.16	2.77	8000	2	5776.17	172.20
M16A1	5.08	2.83	8000	2	5653.71	162.59

M17A	4.74	3.73	8000	2	4289.54	87.26
M18A	4.56	3.72	8000	2	4301.07	84.37
Tornillo	3.26	3.6	8000	2	4444.44	64.45

$$G = v^2 \rho \quad (6)$$

Donde

G = Modulo Corte

v = velocidad transversal

ρ = densidad

Tabla 11. Obtención del Módulo Elástico y Modulo de Corte

Cs Vel. Transversal	N/m ² Módulo de corte
1979.36	22.08
1974.40	20.38
2303.47	27.71
2317.02	32.71
2129.15	22.58
2123.41	23.67
2123.41	27.54
2117.70	27.63
2073.12	22.72
#DIV/0!	#DIV/0!
#DIV/0!	#DIV/0!
#DIV/0!	#DIV/0!
#DIV/0!	#DIV/0!
2735.37	45.11
2843.99	41.74
2783.69	39.41
2112.03	21.15
2117.70	20.45
2188.29	15.62

Los valores del módulo elástico que presenta la figura 4 en el capítulo anterior, es comparado con los valores obtenidos de la tabla 10, obteniendo los valores de las muestras **M1P1** a la **M18AI** los valores se encuentran entre el siguiente rango por lo que se considera entre las siguientes aleaciones comerciales CP Ta y Ti-15Mo-5Zr-3Al, Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr y Ti-12Mo-6Zr-2 Fe, la muestra **M8P2**, **M9P1**, **M9P2** y **M13AI** no se obtuvo el valor de velocidad ultrasónica por lo tanto no se obtuvo E y G. El tornillo es de un acero comercial con valor de **64.45 MPa** acercándose mucho al Ti-29Nb-13Ta-2Sn. Por lo que se concluye que la muestra **M18AI** se encuentra dentro los valores más cercanos a los comerciales, se podría mejorar la condición para llegar al módulo elástico del hueso. A lo que se procederá también a realizar ensayo destructivo, prueba de compresión para dichas muestras y comparar resultados.

En la tabla 8 y 9 presenta los resultados obtenidos a partir de la fórmula de la densidad. Los resultados se usaron para obtener el cálculo de velocidad transversal (Cs) y velocidad longitudinal (Cd), adquiriendo el Módulo de Young (E) y Modulo de Corte (G) a partir de estas velocidades.

4.6 Caracterización por Microdureza Vicker's

Una de las propiedades mecánicas que describe el comportamiento de un material de acuerdo a sus propiedades físicas al aplicar una fuerza, es la dureza. La microdureza Vicker's es utilizado para múltiples aplicaciones y materiales en un rango de macro, el cual debe ser una carga superior a 1Kgf y la superficie debe estar esmerilada, para la microdureza la carga debe ser igual o inferior a 1Kgf la superficie de la probeta debe contar con un pulido mecánico. Para este ensayo de microdureza Vicker's se llevó a cabo por un tiempo de 15 segundos, de acuerdo a la norma ASTM E384 el grosor de la muestra debe ser mínimo 10 veces la profundidad de penetración y para la ISO 6507 1,5 veces la longitud diagonal. Se

realizo una serie de 3 indentaciones por cada muestra con una carga de 10, 30 y 60 Newtons, la tabla 12 muestra los resultados en unidades en Dureza Vicker's (Hv) tomando en cuenta que en sistema internacional se debe reportar en MPa o GPa. Para convertir Hv a MPa se multiplica por 9.807 y 0.009807 multiplicar por Hv para obtener el valor en unidades de los GPa.

Tabla 12. Resultados de caracterización de Microdureza Vicker's

M7P1	Carga 10N o 1.02 kgf	Carga 30N o 3.05 kgf	Carga 60N o 6.11 kgf	M8P1	Carga 10N o 1.02 kgf	Carga 30N o 3.05 kgf	Carga 60N o 6.11 kgf
Corrida				Corrida			
1	120.12 Hv	161.62 Hv	105.68 Hv	1	220.2 Hv	0	87.87 Hv
	1178 MPa	1585 MPa	1036 MPa		2160 MPa	0	861.7 MPa
	1.17 GPa	1.58 GPa	1.03 GPa		2.16 GPa	0	0.86 GPa
Corrida				Corrida			
2	144.05 Hv	224.31 Hv	108.91 Hv	2	267.3 Hv	140.77 Hv	85.37 Hv
	1413 MPa	2200 MPa	1068 MPa		2621 MPa	1381 MPa	837.2 MPa
	1.41 GPa	2.2 GPa	1.06 GPa		2.62 GPa	1.38 GPa	0.83 GPa
Corrida				Corrida			
3	173.36 Hv	194.45 Hv	118.46 Hv	3	309.82 Hv	60.6	84.12 Hv
	1700 MPa	1907 MPa	1162 MPa		3038 MPa	594.3 MPa	825 MPa
	1.7 GPa	1.90 GPa	1.16 GPa		3.03 GPa	0.59 GPa	0.82 GPa
M9P1				M13AI			
Corrida				Corrida			
1	195.17 Hv	221.56 Hv	141.92 Hv	1	190.35 Hv	129.78 Hv	121.94 Hv
	1914 MPa	2173 MPa	1392 MPa		1867 MPa	1273 MPa	1196 MPa
	1.91 GPa	2.17 GPa	1.39 GPa		1.86 GPa	1.27 GPa	1.19 GPa
Corrida				Corrida			
2	210.36 Hv	217.99 Hv	126.61 Hv	2	180.22 Hv	132.94 Hv	122.58 Hv
	2063 MPa	2138 MPa	1242 MPa		1767 MPa	1304 MPa	1202 MPa
	2.06 GPa	2.13 GPa	1.24 GPa		1.767 GPa	1.30 GPa	1.20 GPa

Corrida				Corrida			
3	0	0	132.08 Hv	3	156.32 Hv	97.84 Hv	115.29 Hv
	0	0	1295 MPa		1533 MPa	959.5 MPa	1131 MPa
	0	0	1.29 GPa		1.53 GPa	0.95 GPa	1.13 GPa
M15AI				M18AI			
Corrida				Corrida			
1	131.71 Hv	42.58 Hv	199.82 Hv	1	187.87 Hv	156.96 Hv	167.19 Hv
	1292 MPa	417.6 MPa	1960 MPa		1842 MPa	1539 MPa	1640 MPa
	1.29 GPa	0.41 GPa	1.96 GPa		1.84 GPa	1.53 GPa	1.64 GPa

Corrida				Corrida			
2	215.51 Hv	48.33 Hv	115.23 Hv	2	262.94 Hv	250.34 Hv	0
	2114 MPa	474 MPa	1130 MPa		2579 MPa	2455 MPa	0
	2.11 GPa	0.47 GPa	1.13 GPa		2.57 GPa	2.45 GPa	0
Corrida				Corrida			
3	0	0	0	3	280.91 Hv	0	0
					2755 MPa	0	0
					2.75 GPa	0	0

Las figuras 97 y 98 muestra las tres zona diferentes de indentaciones generadas por el indentador en la probeta de Ti-Ta-Sn 0% espaciador sin nanotubos de carbono con una carga de 10 N, 30 N y 60 N.

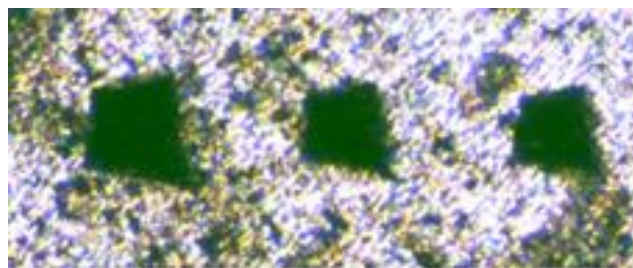


Figura 97. M7P1 Indentación con una carga de 10 N

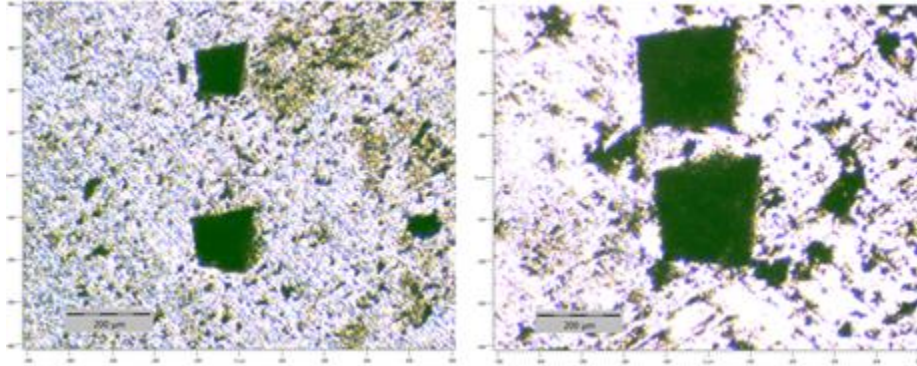


Figura 98. M7P1 Indentación con una carga de 30 N y 60 N

Las figuras 99 y 100 muestra las tres zona diferentes de indentaciones generadas por el indentador en la probeta de Ti-Ta-Sn 30% espaciador sin nanotubos de carbono con una carga de 10 N, 30 N y 60 N.

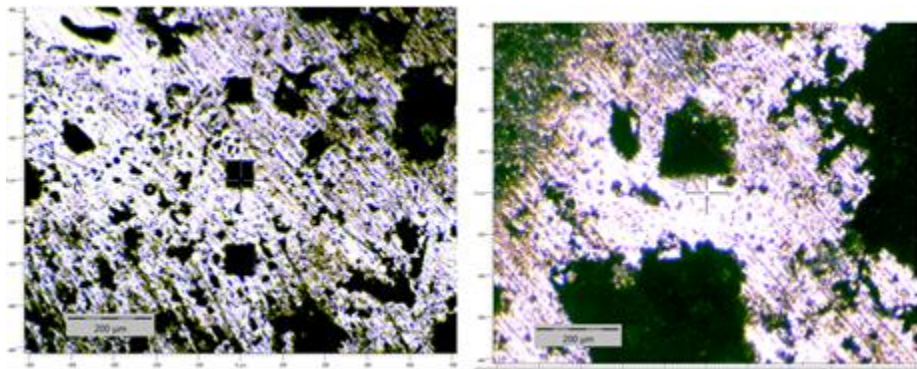


Figura 99. M8P1 Indentación con una carga de 10 N y 30 N

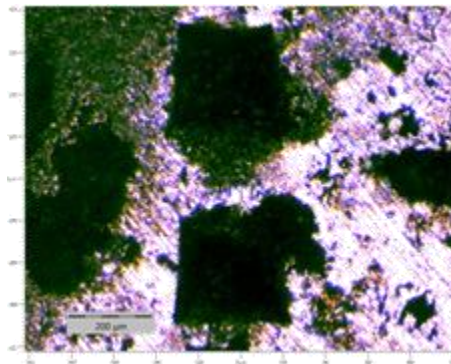


Figura 100. M8P1 Indentación con una carga de 60 N

La figura 101 muestra las tres zona diferentes de indentaciones generadas por el indentador en la probeta de Ti-Ta-Sn 40% espaciador sin nanotubos de carbono con una carga de 10 N.

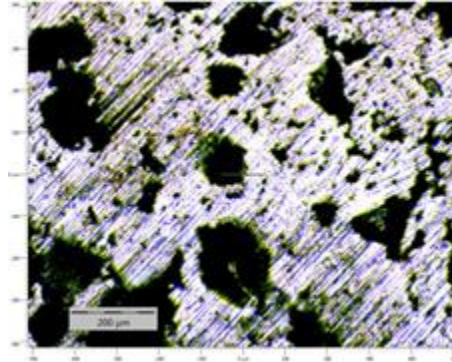


Figura 101. M9P1 Indentación con una carga de 10 N

Las imagenes de la figura 102 muestra las tres zona diferentes de indentaciones generadas por el indentador en la probeta de Ti-Ta-Sn 0% espaciador con nanotubos de carbono con una carga de 10 N, 30 N y 60 N.

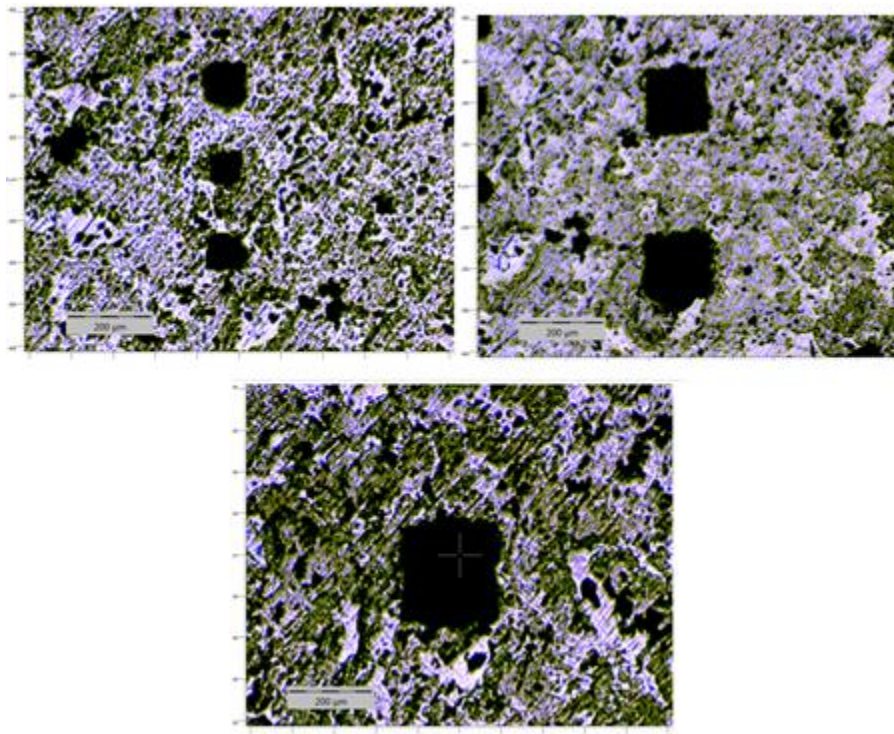


Figura 102. M13Al Indentación con una carga de 10N, 30N y 60N

La figura 103 muestra las 3 zonas diferentes de indentaciones generadas por el indentador en la probeta de Ti-Ta-Sn 30% espaciador sin nanotubos de carbono con una carga de 60 N.

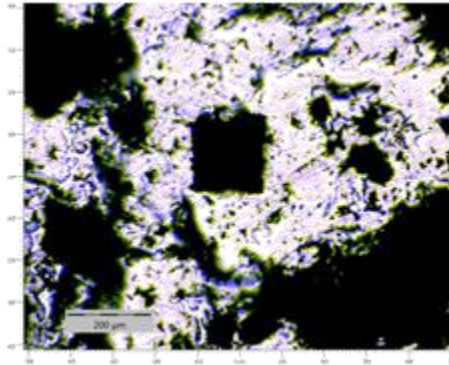


Figura 103. M15Al Indentación con una carga de 60 N

La figura 104 muestra las 3 zonas diferentes de indentaciones generadas por el indentador en la probeta de Ti-Ta-Sn 40% espaciador sin nanotubos de carbono con una carga de 60 N.

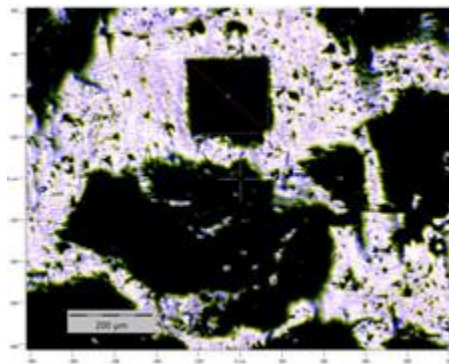


Figura 104. M17Al Indentación con una carga de 60 N

En la table aparecen alguno datos sin mostrar debido a que la indentación se realizaba en algun poro y no generaba ninguna lectura. Los resultados obtenidos en las caracterizaciones nos permite evaluar nuestro material y comparar con los resultados del hueso humano. Entendemos que el comportamiento mecánico es

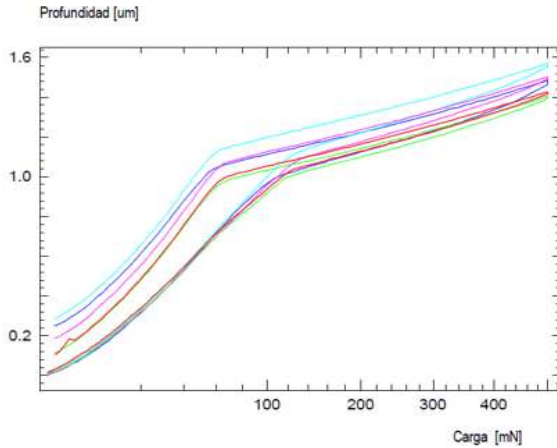
demasiado complejo debido a su heterogeneidad, viscoelasticidad y su forma anisotrópico.

Los ensayos de propiedades mecánicas por el ensayo de ultrasonido, microdureza Vicker's presentaron resultados semejantes a los comerciales. Se tendrá que valorar algunos cambios para poder alcanzar su modulo elástico y su modulo de corte para la determinación de la resistencia ósea. En relación a la corrosión es un material con una excelente resistencia a la corrosión a la solución Hank's. Lo que hace un buen candidato a reemplazo aleaciones comerciales aplicadas en la biotecnología.

4.7 Caracterización por Nanoindentación

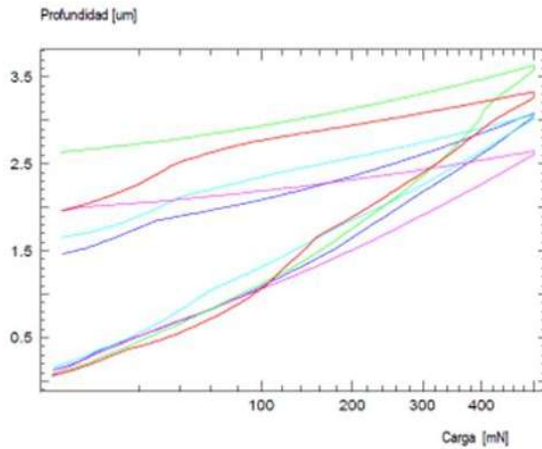
4.7.1 Análisis Mecánico por Nanoindentación instrumentada ISO 14577-1 (ASTM E 2546)

El ensayo se realizó a las espumas de aleación metálica de Ti-Ta-Sn con y sin nanotubos de carbono con diferentes porosidades en un Instrumento Fischerscope HM2000 Ser.No.19/148. El indentador es de tipo Berkovich, material de diamante, el incremento de la carga (velocidad de carga): $F = 500.000\text{mN} / 10\text{s}$ con un arrastre de $C = 3.0\text{s}$ y la velocidad de descarga, $R =$ Igual al incremento de carga. Se realizo 2 ensayos de 5 indentaciones cada una, antes de realizar la indentación las muestras se prepararon a caras paralelas, hasta obtener caras espejo, para obtener una mejor lectura, pero debido a la porosidad que existe en las espumas el indentador mostro las siguientes curvas.



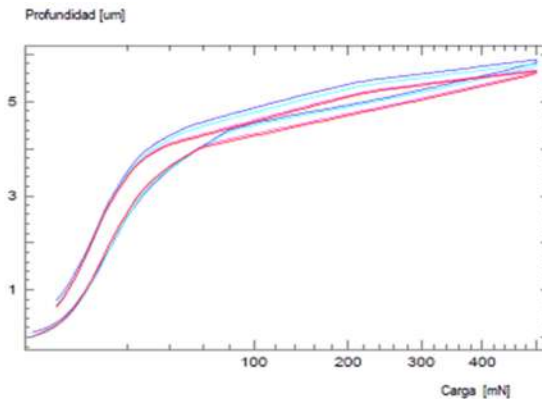
Nº. 1	HM	EIT/(1-vs ²)	HIT	HV	nIT	hmax u	CIT1
i							
n = 5	N/mm ²	GPa	N/mm ²		%	µm	%
X.	8049.92	223.15	13778.07	1302.03	76.987	1.4774	0.861
U (X.)	835.03	17.18	1803.30	170.41	7.227	0.0813	0.372
s	672.48	13.84	1452.25	137.24	5.820	0.0655	0.300
V/%	8.35	6.20	10.54	10.54	7.56	4.43	34.82
Mín.	7126.6	207.4	11747.7	1110.2	70.78	1.403	0.68
Máx.	8834.0	240.4	15468.1	1461.7	83.52	1.569	1.39
R	1707.42	33.00	3720.44	351.58	12.735	0.1666	0.707

Figura 105. Curvas de Carga -desplazamiento y resultados de espuma metálica de Ti-Ta-Sn Bulk



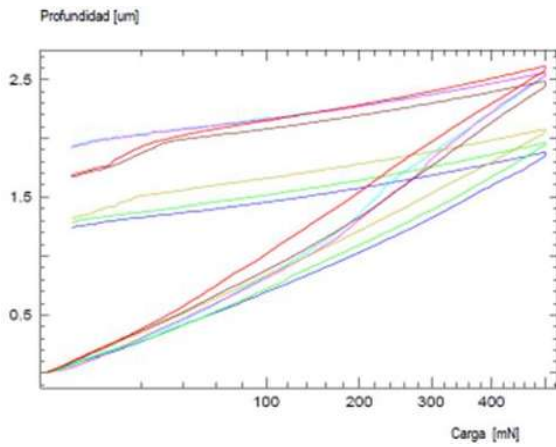
Nº. 1	HM	HIT	CIT1	HV	nIT	EIT/(1-vs ²)	hmax u
i							
n = 5	N/mm ²	N/mm ²	%		%	GPa	µm
X.	1916.72	3115.15	1.725	294.38	36.453	53.02	3.1539
U (X.)	558.76	1046.90	0.419	98.93	13.300	22.91	0.4516
s	449.99	843.10	0.337	79.67	10.711	18.45	0.3637
V/%	23.48	27.06	19.55	27.06	29.38	34.80	11.53
Mín.	1400.5	2152.1	1.35	203.4	27.84	35.9	2.648
Máx.	2614.6	4008.6	2.24	378.8	52.02	82.4	3.634
R	1214.11	1856.47	0.892	175.44	24.184	46.50	0.9852

Figura 106. Curvas de Carga -desplazamiento y resultados de espuma metálica de Ti-Ta-Sn con espaçador 30%



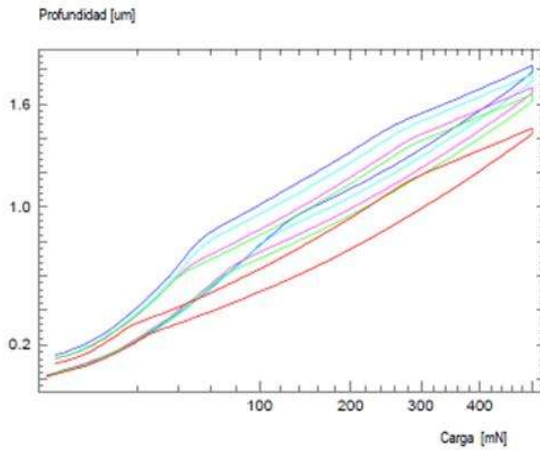
Nº. 1	HM	CIT1	EIT/(1-vs ²)	HIT	hmax u	HV	nIT
i							
n = 4	N/mm ²	%	GPa	N/mm ²	µm		%
X.	558.50	0.922	---	---	5.7528	---	70.994
U (X.)	33.05	0.162	---	---	0.1786	---	2.785
s	20.79	0.102	---	---	0.1123	---	1.752
V/%	3.72	11.07	---	---	1.95	---	2.47
Mín.	534.6	0.81	---	---	5.647	---	68.49
Máx.	579.1	1.06	---	---	5.886	---	72.39
R	44.48	0.244	---	---	0.2394	---	3.906

Figura 107. Curvas de Carga -desplazamiento y resultados de espuma metálica de Ti-Ta-Sn con espaçador 40%



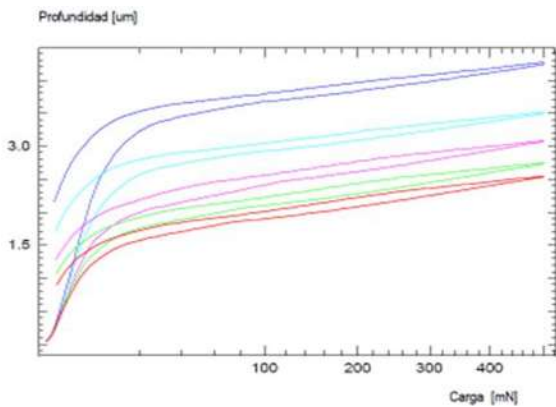
Nº. 1	HM	EIT/(1-vs ²)	CIT1	HIT	HV	hmax u	nIT
1							
n = 7	N/mm ²	GPa	%	N/mm ²		µm	%
X.	3580.21	109.46	1.452	5531.00	522.68	2.3066	30.780
U (X.)	947.56	16.96	0.322	1775.08	167.75	0.2928	5.239
s	1024.29	18.34	0.348	1918.83	181.33	0.3165	5.663
V/%	28.61	16.75	24.00	34.69	34.69	13.72	18.40
Mín.	2661.0	84.8	1.13	3955.5	373.8	1.883	23.84
Máx.	5097.6	136.2	1.99	8302.6	784.6	2.614	36.70
R	2436.67	51.37	0.859	4347.12	410.80	0.7313	12.854

Figura 108. Curvas de Carga -desplazamiento de espuma metálica de Ti-Ta-Sn con nanotubos de carbono Bulk



Nº. 1	HM	CIT1	EIT/(1-vs ²)	HIT	hmax u	HV	nIT
1							
n = 5	N/mm ²	%	GPa	N/mm ²	µm		%
X.	6528.34	2.317	---	---	1.6807	---	79.606
U (X.)	1445.03	0.223	---	---	0.1742	---	2.447
s	1163.73	0.180	---	---	0.1403	---	1.970
V/%	17.83	7.77	---	---	8.35	---	2.48
Mín.	5472.7	2.04	---	---	1.459	---	76.66
Máx.	8449.2	2.52	---	---	1.823	---	81.28
R	2976.46	0.479	---	---	0.3639	---	4.619

Figura 109. Curvas de Carga -desplazamiento de espuma metálica de Ti-Ta-Sn con nanotubos de carbono con 30% espaciador



Nº. 1	HM	CIT1	EIT/(1-vs ²)	HIT	hmax u	nIT	HV
1							
n = 5	N/mm ²	%	GPa	N/mm ²	µm	%	
X.	1901.72	0.613	---	---	3.2319	74.946	---
U (X.)	868.48	0.110	---	---	0.8500	1.962	---
s	699.41	0.089	---	---	0.6846	1.580	---
V/%	36.78	14.49	---	---	21.18	2.11	---
Mín.	1004.5	0.49	---	---	2.547	73.41	---
Máx.	2758.2	0.69	---	---	4.266	77.54	---
R	1753.70	0.200	---	---	1.7188	4.125	---

Figura 110. Curvas de Carga -desplazamiento de espuma metálica de Ti-Ta-Sn con nanotubos de carbono con 40% espaciador

Donde los resultados se muestran con la siguiente nomenclatura n = número de indentaciones, HM = dureza de martens, h_{max} = profundidad máxima, HV = Dureza Vickers, EIT = Módulo Young, CIT = Indentación de Arrastre, nIT = Deformación elástica y HIT = Dureza de indentación.

Los valores del Modulo de Young en las probetas se sometieron al ensayo podemos observar que la probeta **M7P1 Bulk = 223.15 GPa**, sobre pasa los valores comerciales de aceros y CoCr para aplicaciones biomedicas, En la probeta **M8P1 30% = 53.02 GPa**, el valor de Modulo de Young cuenta con buenas propiedades mecánicas la cual se encuentra entre la fase β de las aleaciones metálicas para aplicaciones biomedicas, la muestra con nanotubos de carbono **M13AI Bulk = 109.46 GPa** el valor obtenido se encuentra dentro de las propiedades mecánicas de $\alpha+\beta$. Las muestras **M9P1 40% = 0**, **M15AI 30% = 0**, **M17AI 40% = 0**. No se pdo dar lectura debido a que el indentador penetraba sobre porosidades de las mismas. El cual se analizaran nuevamente para poder obtener valores y poder comparar sus propiedades mecánicas con las anteriores.

En las figuras de Microscopia electronica de barrido se observa que los materiales tienden a fracturarse, en general en la figura 111 se observan las marcas que dejo el indentador. La figura 111 a) y b) se observan las probetas que se analizaran por SEM para la muesca del la forma piramidal del proceso de deformación plástica. En cada una de las tres esquinas del sangrado, se puede ver una grieta. Una vez iniciadas las grietas se propagan fácilmente, Como resultado de este comportamiento de fractura, solo una penetración por cristal era factible con este material; se realizaron indentaciones, en las figuras 111 c) y h) midiendo la longitud de la marca que dejo el indentador para el calculo del modulo de Young, no se observa penetración de indentaciones en las figura 111 d), e), f) y g). talvez por coincidir con el poro de la muestra. El ensayo se llevo acabo con el indentador Berkovich.

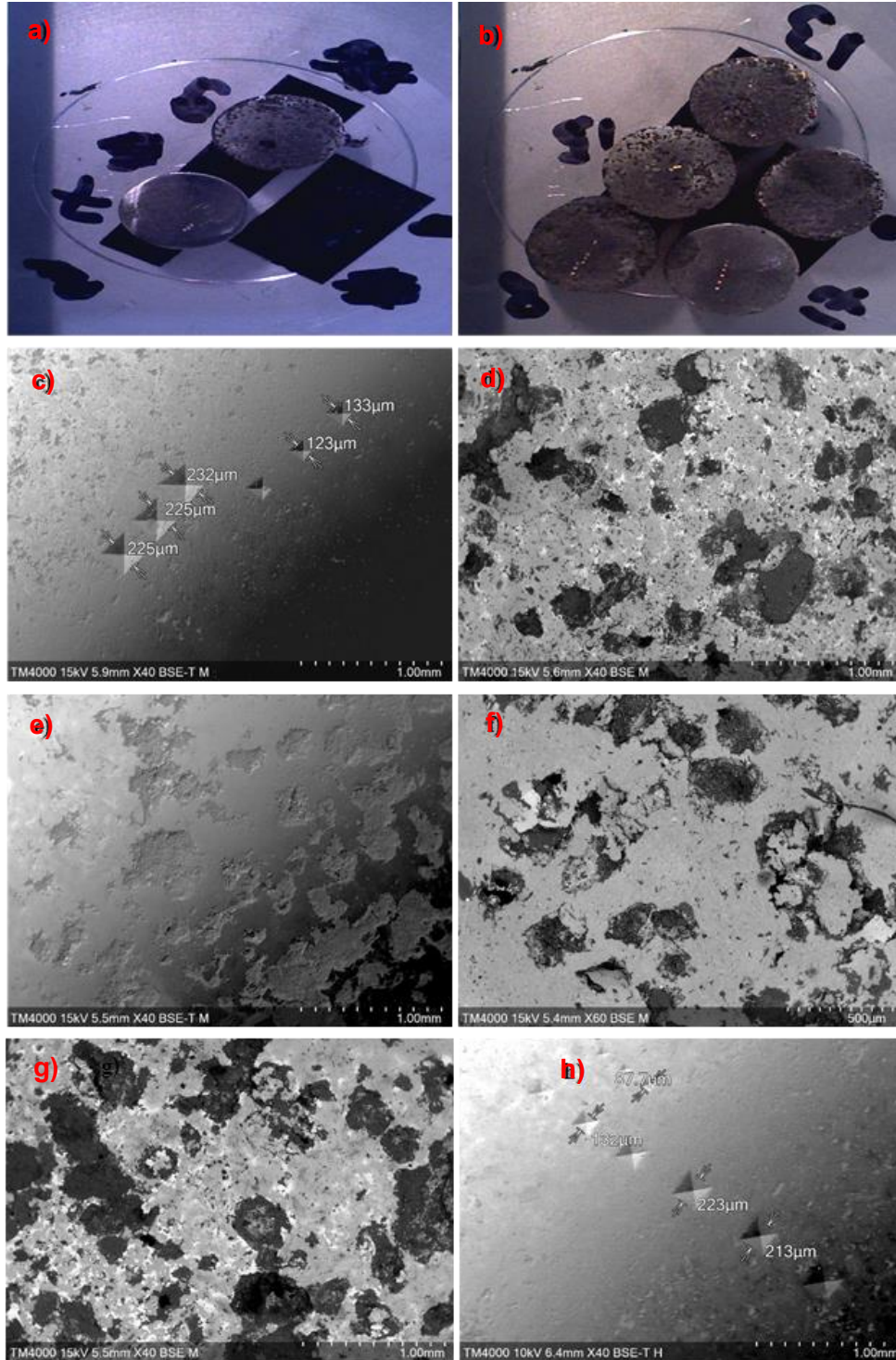


Figura 111. a-h) Microscopía electrónica de barrido de las probetas de aleación metálica de Ti-Ta-Sn con y sin nanotubos de carbono con diferentes valores de espaciador

4.8 Caracterización por compresión

Para evaluar su módulo de elasticidad y esfuerzo de fluencia de las espumas se utilizará una maquina universal de pruebas marca Zwich Roell Z030 figura 112, los ensayos se realizarán con una velocidad de deformación de 0.125 mm/mim.



Figura 112. Máquina universal para ensayos de tensión Zwich Roell Z030

La compresión en el momento de compactar los polvos fue de 430 MPa. Para realizar el ensayo destructivo, la velocidad de carga para la compresión es de 0.02 mm/min. Se obtendra el módulo elástico de cada una de las probetas de acuerdo a la norma de compresión para espumas metálicas. Velocidad 0.02mm/min. Velocidad de deformación 10^{-3} s⁻¹ con 40% de deformación nominal. Las 6 probetas cilindricas, la figura 113 a) y c) se midieron teniendo un diametro de 8 mm y una longitud promedio de 7.6 mm por el desbaste generado para alinear las caras. Ver figura 113 b) y d).

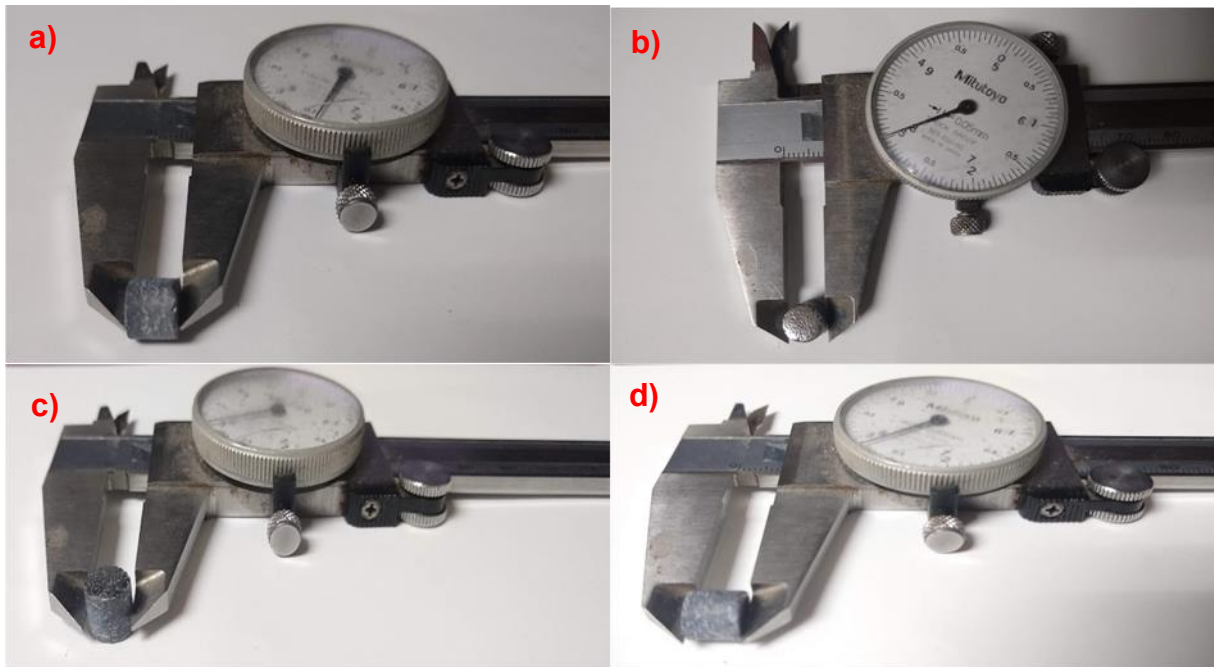


Figura 113. Medición de las probetas de Ti-Ta-Sn

El ensayo en las imágenes de la figura 114, a) y c) colocación de una de las muestras, b) medición exacta de la muestra tocando ambas caras con los platos de compresión para tener un ensayo mas efectivo, c) compresión de la muestra, este se basó en la norma internacional ISO 14317:2015 Sintered metal materials excluding hardmetals- Determination of compressive yield strength. Las muestras se prepararon con caras paralelas uniaxial, la pieza debe ser normalmente 9mm de diámetro y 27mm de longitud L/D relación 3:1, la muestra se posiciona en el plato de la máquina de compresión sobre el eje y de forma perpendicular en dirección de la compactación. Debe de existir una separación de los platos mínima de 0,005mm/cm. Los resultados se observan en la tabla 13 y 14.



Figura 114. Ensayo de compresión de espumas metálicas de base Titanio

Tabla 13. Resultado de Ensayo de Compresión de aleación metálica Ti Ta Sn con y sin NTC

Nr	Specimen identifier	F _{max} MPa	dL at F _{max} mm	d ₀ mm	S ₀ mm ²
1.1	M1-P2	203	0.3	8	50.27
1.2	M2-P2	118	0.3	8	50.27
1.3	M3-P2	99.9	0.2	8	50.27
1.4	M2-BK	218	0.3	8	50.27
1.5	M4-E30	66.9	0.2	8	50.27
1.6	M6-E40	63.8	0.3	8	50.27

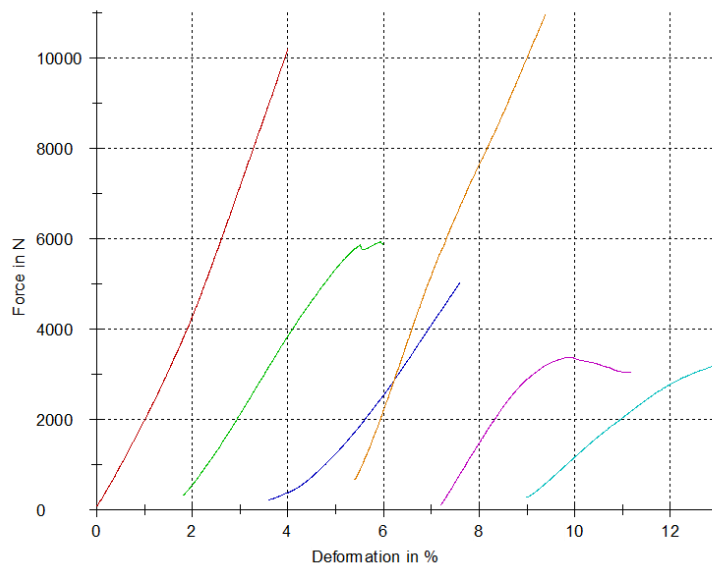


Figura 115. Curvas de Fuerza-Deformación

Tabla 14. Resultados de la Tabla estadística

Series n = 6	F _{max} MPa	dL at F _{max} mm	d ₀ mm	S ₀ mm ²
x	128	0.3	8	50.27
s	67.2	0.1	0.000	0.00
□	52.35	18.71	0.00	0.00

4.9 Caracterización mediante difracción de rayos-X (DRX)

El objetivo de la Caracterización es identificar las estructuras cristalinas de los elementos y los cambios microestructurales de la aleación metálica mediante DRX. En la figura 116, se muestran los difactogramas de los polvos comercialmente puros (cp). Las estructuras cristalinas fueron indexadas con la base de datos powder diffraction file (PDF, en español archivo de difracción de polvos) y el programa Match, [69].

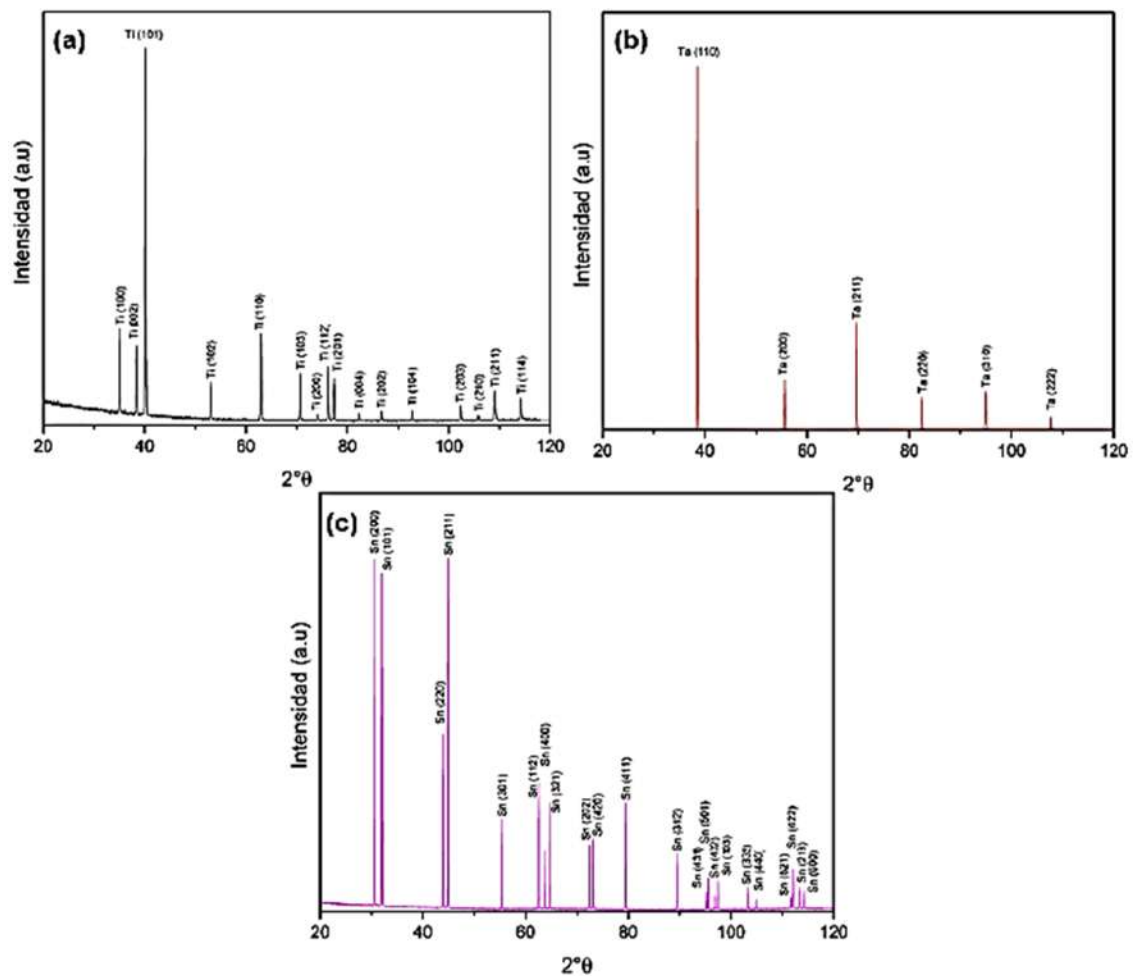


Figura 116. Patrón de difracción de rayos X de los polvos metálicos cp de a) Ti, b) Ta y c) Sn

El Ti (figura 116 a) tiene una estructura cristalina HCP (hexagonal compacta) con grupo espacial P63/mmc característico de la fase Ti- α . Para el Ta (figura 116 b) identificó una estructura BCC (cubica centrada en el cuerpo) con grupo espacial Im-

3m propio de la fase Ta- α , y para el Sn (figura 116 c) se identificó la fase Sn- β , con estructura tetragonal y grupo espacial I41/amd. Todas las fases mencionadas, son estables a temperatura ambiente. Con el patron de difracción de cada uno de los elementos aleantes será más fácil identificar el posible cambio de estructura cristalina de la mezcla.

En la figura 117 se presentan los patrones de difracción de rayos X de los polvos de aleación de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's con 0%, 30% y 40% de espaciador. Se observa la formación de nuevas fases (Ti-Ta-Sn, Ti α , Ti β , Ti-Ta) β . Se observa el inicio de la formación de una solución sólida Ti- β . La mayor cantidad de titanio α se reporta en todas las muestras, que esta disminuye cuando se observa una porosidad mayor donde va desapareciendo la fase. La formación de fase fcc ha sido reportada en diversos estudios anteriores, por ejemplo, en el trabajo de investigación Esfuerzo triaxial ideal de Ti, Zr y Hf con estructura fcc: un estudio de primeros principios [69] se obtuvieron los parámetros de red y constantes de elasticidad en ausencia de esfuerzo aplicado, esta publicación indica que a temperatura y presión ambiente el Ti, Zr y Hf cristalizan en la fase hcp, sin embargo se ha reportado que estos elementos son elásticamente metaestables en la estructura cubica centrada en las caras (fcc) [70].

En el difractograma se identifica los siguientes formación de fases:

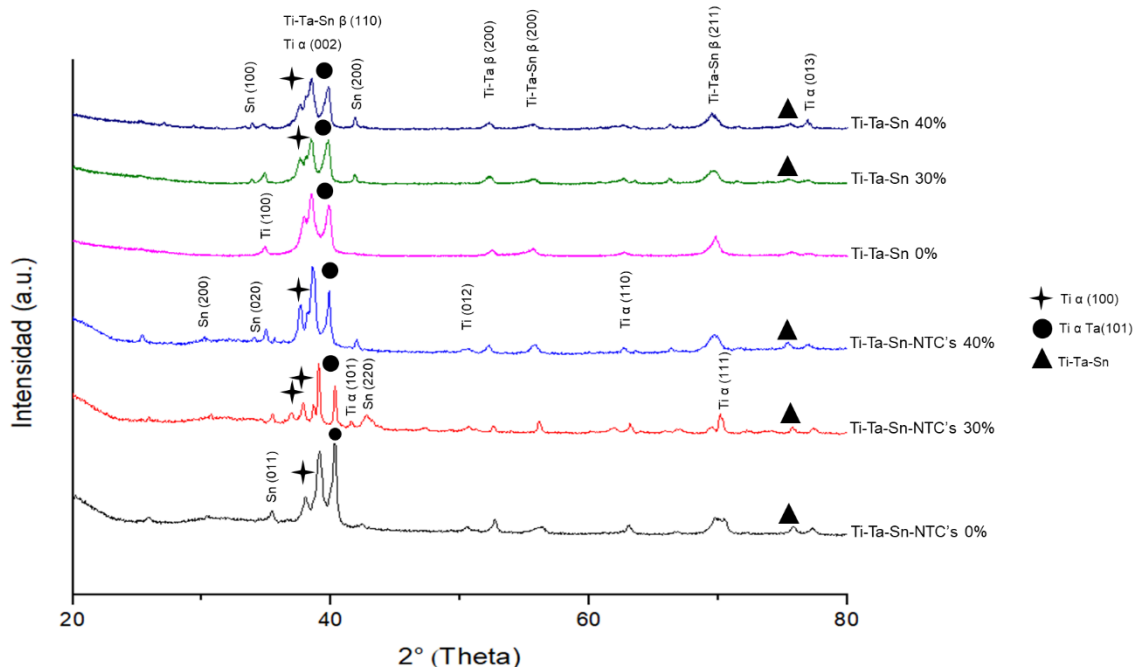


Figura 117. Difractogramas de rayos X espumas con 0%, 30% y 40% porosidad (con NTC's y sin NTC's)

Es posible observar que en el caso de las espumas con nanotubos de carbono predomina la presencia de Titanio beta, Ti_3O , TiO_2 y $SnTa_3$. Mientras que en el caso de las espumas sin nanotubos de carbono predomina la presencia de Titanio beta, Sn y Ta.

4.10 Corrosión

Para poder obtener el pH de la solución Hank's se uso un pHmetro de sobremesa modelo pH 210, Mca. Hanna, lo primero que se realiza es la calibración del equipo, por lo que se sumerge por completo el electrodo en la solución Hank's y la sonda de temperatura, en las soluciones calibración pH 7 Figura 118.



Figura 118. Electrolito de referencia con pH 7 a 24.1°C

La figura 119, muestra la solución electrolito con pH 4 que se tomo como referencia de valor mínimo de fosfatos para la estandarización de potenciometros de corrosion.



Figura 119. Solución Buffer pH 4 a 24.1°C

Despues de realizar la calibración del pHmetro se realizo la caracterización con solución Hank's a una temperatura en ese momento registrada por el electrodo de 24.1 °C obteniendo como resultado 7.39 pH, Figura 120 a), posteriormente se elevo la temperatura a 36.9 °C el resultado 7.97 pH, ver figura 120 b).



Figura 120. Medición de a) temperatura ambiente y b) temperatura corporal

Después de medir el pH se realiza la caracterización de corrosión bajo la norma G102-89. Las mediciones de la tasa de corrosión electroquímica a menudo proporcionan resultados en términos de corriente eléctrica. Aunque la conversión de estos valores actuales en tasas de pérdida de masa o penetración se basa en la Ley de Faraday, los cálculos pueden ser complicados para aleaciones y metales con elementos que tienen múltiples valores de valencia. El objetivo de esta práctica es proporcionar una guía para calcular la pérdida de masa y las tasas de penetración de dichas aleaciones. Se proporcionan algunos valores típicos de pesos equivalentes para una variedad de metales y aleaciones. Las mediciones de la tasa de corrosión electroquímica pueden proporcionar resultados en términos de resistencia eléctrica.

La conversión de estos resultados a pérdidas de masa o tasas de penetración requiere información electroquímica adicional. Se dan algunos enfoques para

estimar esta información. El uso de esta práctica ayudará a producir datos de tasa de corrosión más consistentes a partir de resultados electroquímicos. Esto hará que los resultados de diferentes estudios sean más comparables y minimizarán los errores de cálculo que pueden ocurrir al transformar los resultados electroquímicos en valores de velocidad de corrosión [71].

El método de polarización potenciodinámico, utilizado para evaluar la corrosión nos permite obtener la velocidad y los fenómenos que presentan los materiales involucrados en el proceso de naturaleza electroquímica. La resistencia a la polarización (R_p) es una técnica utilizada para obtener la medición de velocidad de corrosión, estableciendo la relación entre la densidad de corriente de corrosión, con la resistencia a la polarización; estableciendo una diferencia de potencial. La obtención de las pendientes de Tafel oscilan entre 60 y 120 mV/década, se utiliza solución Hank's a 36.9 °C. Las pruebas se realizaron utilizando una matriz de tres electrodos, Un electrodo auxiliar de grafito en el fondo de la celda, un electrodo calomel, y las espumas de titanio serán los electrodos de trabajo. Las pruebas se realizaron de acuerdo a las siguientes condiciones -250 a 1300 mV frente a potencial de circuito abierto (OCP) a una velocidad de escaneo de 1,0 mV/s. Las mediciones de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) se llevaron a cabo dentro del rango de frecuencia de 10 kHz a 0.01 Hz, aplicando una señal sinusoidal de 30 mV en amplitud vs. OCP. Antes de comenzar las pruebas de EIS, las muestras se sujetan a la celda de trabajo quedando expuestas a la solución Hank's a 37 ° C durante media hora, para estabilizar el valor de OCP (entre ± 5 mV de fluctuación) y ± 0.5 °C en las fluctuaciones de temperatura.

El método de prueba se puede utilizar para verificar el rendimiento del equipo de medición de resistencia a la polarización, incluidos los electrodos de referencia, las celdas electroquímicas, los potencióstatos, los generadores de barrido y los dispositivos de medición y registro establecidos en la norma G59-97, el método de prueba también es útil para capacitar a los operadores en la preparación de

muestras y técnicas experimentales para mediciones de resistencia a la polarización. La resistencia a la polarización puede relacionarse con la velocidad de corrosión general de los metales en su potencial de corrosión o aproximada a está E_{corr} .

Las medidas de resistencia a la polarización son una forma precisa y rápida de medir la velocidad de corrosión general. El monitoreo de corrosión en tiempo real es una aplicación común. La técnica también se puede utilizar como una forma de clasificar aleaciones, inhibidores, etc., en orden de resistencia a la corrosión general, se aplica un pequeño escaneo de potencial, $\Delta E(t)$, definido con respecto al potencial de corrosión ($\Delta E = E - E_{corr}$), a una muestra de metal. Se registran las corrientes resultantes. La resistencia a la polarización (R_p), de un electrodo corrosivo se define a partir de la ecuación 7 como la pendiente de un gráfico de densidad potencial frente a la corriente en $i = 0$.

$$R_p = \left(\frac{\partial \Delta E}{\partial i} \right)_{i=0, dE dt \rightarrow 0} \quad (7)$$

La densidad de corriente viene dada por i . La densidad de corriente de corrosión i_{corr} , esta relacionada con la resistencia de polarización por el coeficiente de Stern-Geary, B. Ec. 8.

$$i_{corr} = 10^6 \frac{B}{R_p} \quad (8)$$

La dimensión de R_p es ohm-cm^2 , i_{corr} es $\mu\text{A/cm}^2$ y B está en V. El coeficiente de Stern-Geary está relacionada con las pendientes anódica β_a , y catódica β_c , tafel, según ecuación 9.

$$B = \frac{b_a b_c}{2.303 (b_a b_c)} \quad (9)$$

Las unidades de las pendientes de Tafel son V. La tasa de corrosión, CR, en mm por año se puede determinar a partir de la Ec. 10 en la que EW es el peso equivalente de las especies corroídas en gramos y ρ es la densidad del material corroído en g/cm³.

$$CR = 3.27 \times 10^{-3} \frac{i_{corr}EW}{\rho} \quad (10)$$

La resistencia a la polarización puede relacionarse con la velocidad de corrosión general de los metals en su potencial de corrosión o cerca de ellos, E_{corr} . Las medidas de resistencia a la polarización [72].

4.10.1 Solución Hank's Curvas de Tafel

Las curvas de polarización de la figura 121 se observa las muestras de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's en solución de Hank's. Se puede observar, las corrientes son bajas en la región pasiva para la mayoría de las muestras en la espuma de 0% con NTC's existe una variación en la zona de pasivación. Las aleaciones presentan corrientes pasivas bajas, esto quiere decir que las muestras tiene excelente resistencia a la corrosión. Los resultados de las evaluaciones de LPR de la espuma metálica en Solución Hank's se muestran a través de la cinética de la velocidad de corrosión y el potencial. E_{corr} proporciona una calificación termodinámica relativa de un metal o aleación en un entorno determinado. Un aumento de E_{corr} en la dirección positiva indica la formación de una película pasiva, y un E_{corr} constante indica que la película permanece intacta y protectora, pero una caída de E_{corr} en la dirección negativa indica roturas en la película, disolución de la película o sin formación de película.

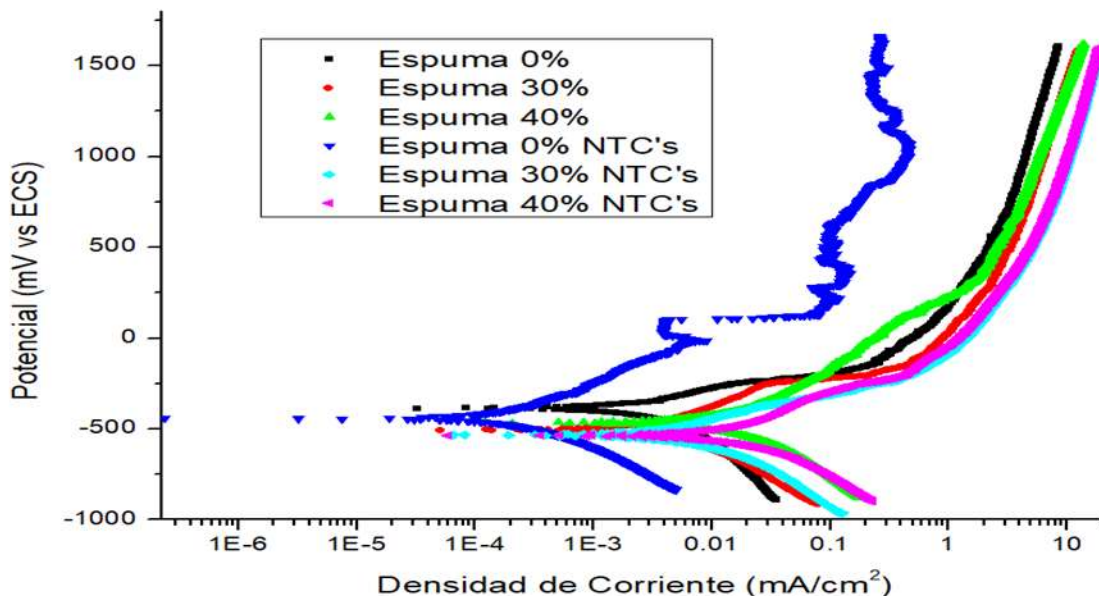


Figura 121. Curvas de Tafel de Muestra Ti-Ta-Sn con y sin NTC's en solución Hank's

4.10.1.1 Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) Solución Hank's

La figura 122, muestra las graficas de Nyquist de las muestras de Ti-Ta-Sn de la EIS en solución Hank's. En todos los potenciales, se detectó una respuesta casi capacitiva, caracterizada en Nyquist por semicírculos incompletos. En las graficas revelan que los comportamientos de corrosión activa surgen en la espuma de 40% NTC's la actividad más pequeña se encuentra en la espuma 0% y se evidencia por los valores máximos de impedancias reales e imaginarias. La espuma de 40% NTC's parece tener una aparente reactivación de la superficie de la ocurren los metales. Valores de impedancia real e imaginaria para las espumas 30% y 40% NTC's son mayores que los de la aleación las espumas 30% y 40%, demostrando así que el primero es menos susceptible a corrosión para el intervalo de 7.8 pH explorado.

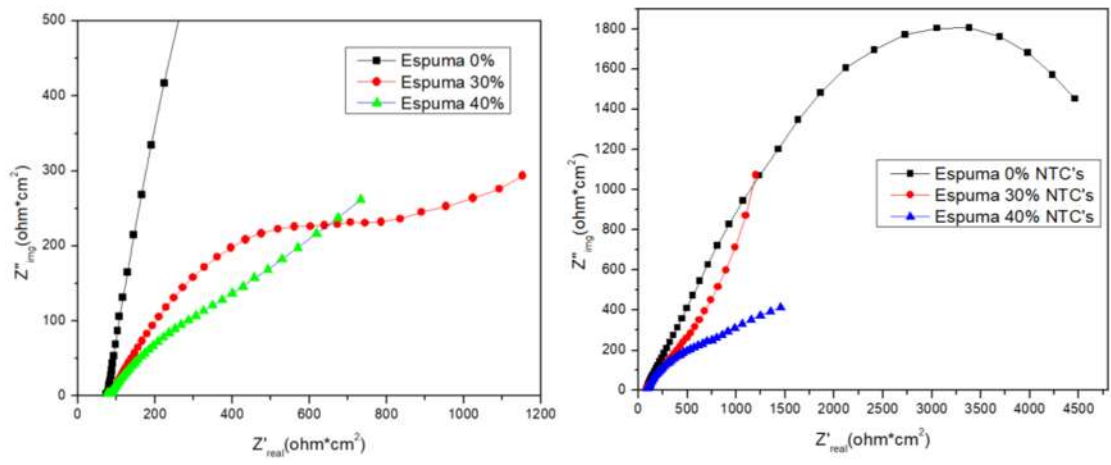


Figura 122. Graficas Nyquist Muestra Ti-Ta-Sn con y sin NTC's en solución Hank's

Esta es la respuesta típica de un condensador compacto de película pasiva. Los valores adquiridos para la resistencia pasiva de la película son altos, hasta 1,8 V, después de lo cual disminuyen con el potencial. En la Figura 123, se puede observar que el ángulo de fase observado para las muestras de Ti-Ta-Sn se encontró en el rango de alrededor de 15 y 40 para las muestras de NTC's, lo que sugiere una película altamente estable en Ti-Ta-Sn [73]. A un valor de potencial superior a 0 V, un pico único se observa en los gráficos de ángulo de fase, lo que indica el compromiso de un tiempo de relajación.

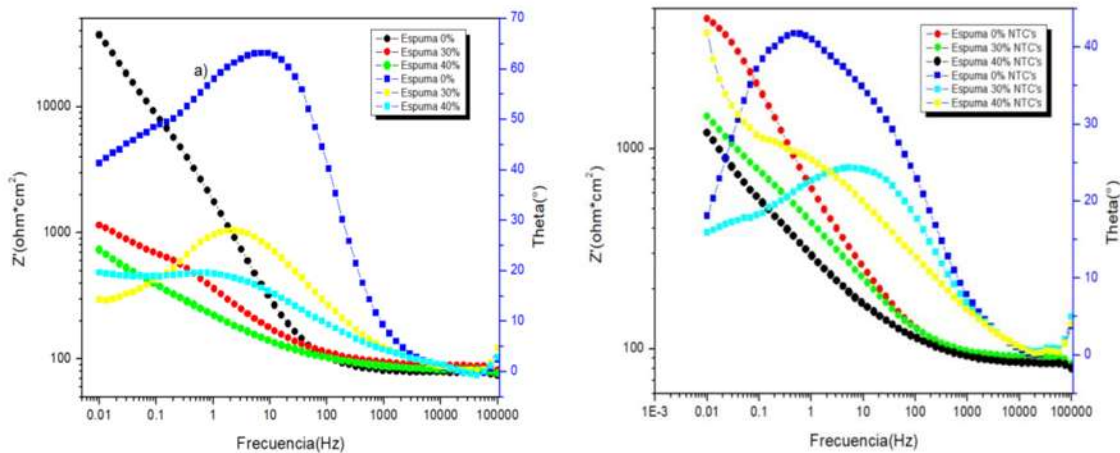


Figura 123. Gráficas de Bode de Ti-Ta-Sn Impedancia vs Frecuencia vs Theta

Los diagramas de Bode de la figura 124, muestra valores constantes $\log |Z|$ contra $\log(f)$ con un ángulo de fase cercano a 0. De 0 a 1 V, en el amplio rango de baja y media frecuencias, los espectros muestran una pendiente lineal de aproximadamente -1 en $\log |Z|$ como la frecuencia disminuye, mientras que los valores del ángulo de fase están cerca de una película más estable [74].

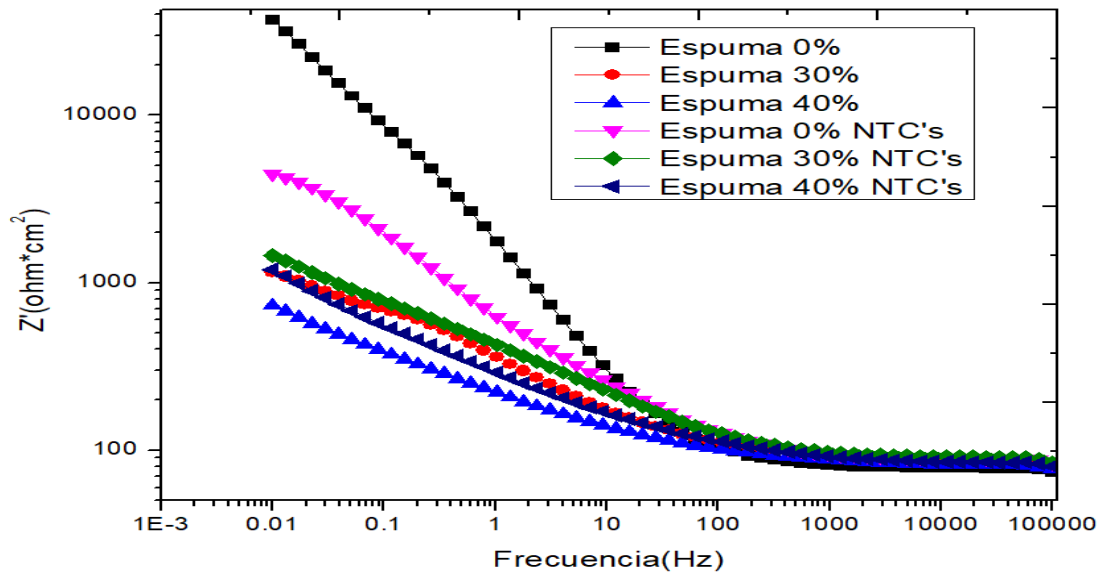


Figura 124. Gráficas de Bode de aleación Ti-Ta-Sn Impedancia vs Frecuencia

4.10.1.2 Microscopia Electrónica de Barrido Solución Hank's

En Microscopia electrónica de barrido se observa el deterioro de forma corrosiva en la muestra Ti-Ta-Sn. Las aleaciones sumergidas en una solución de saliva Hank's corresponden en gran parte al complejo de Ti-Fe formado en la superficie. Este análisis de los productos de corrosión encontrados en la superficie, indican la posible formación de un óxido de titanio en la espuma metálica muestran las micrografías por electrones electrodispersados (BED) y por electrones secundarios (SED) con magnitudes de 10x, 50x y 1000x, como se muestra en la Figura 125 a-f.

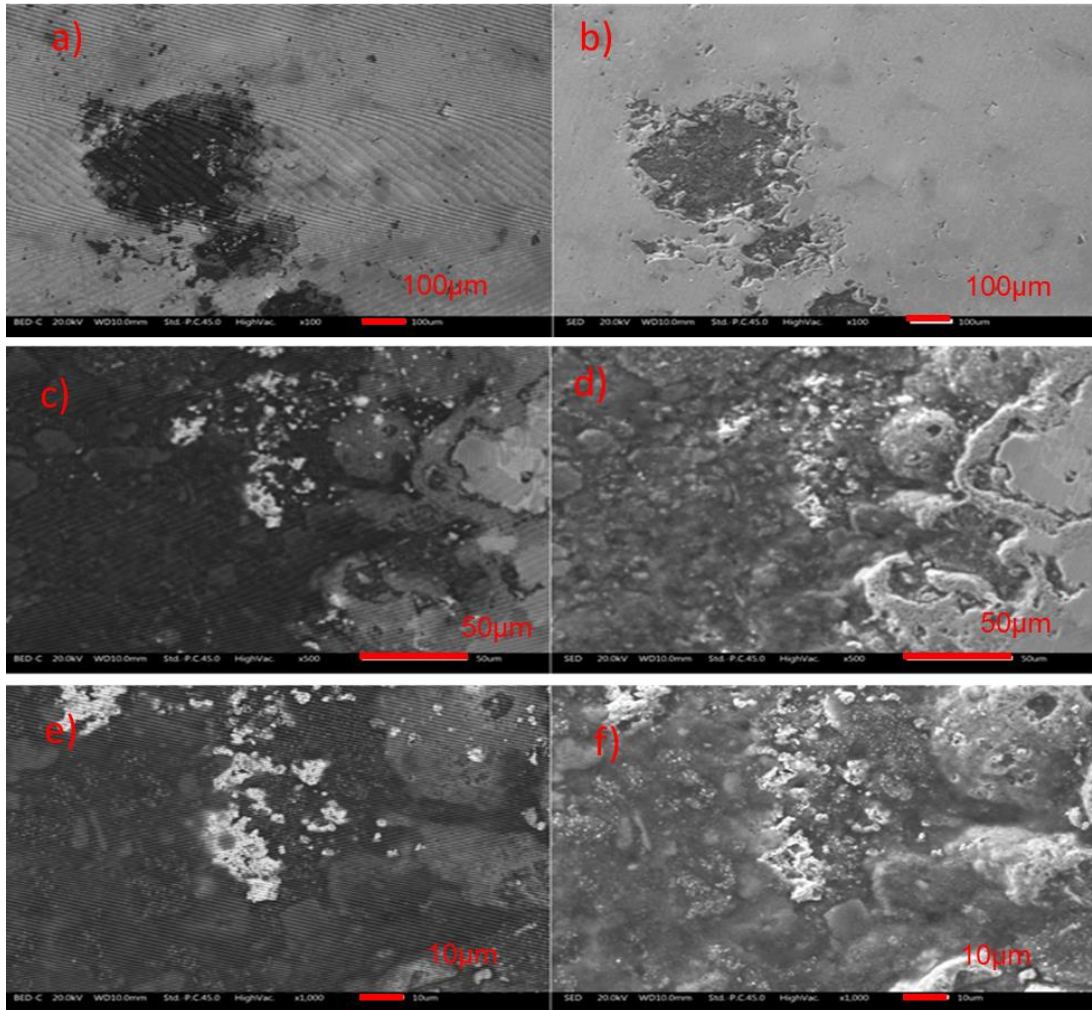
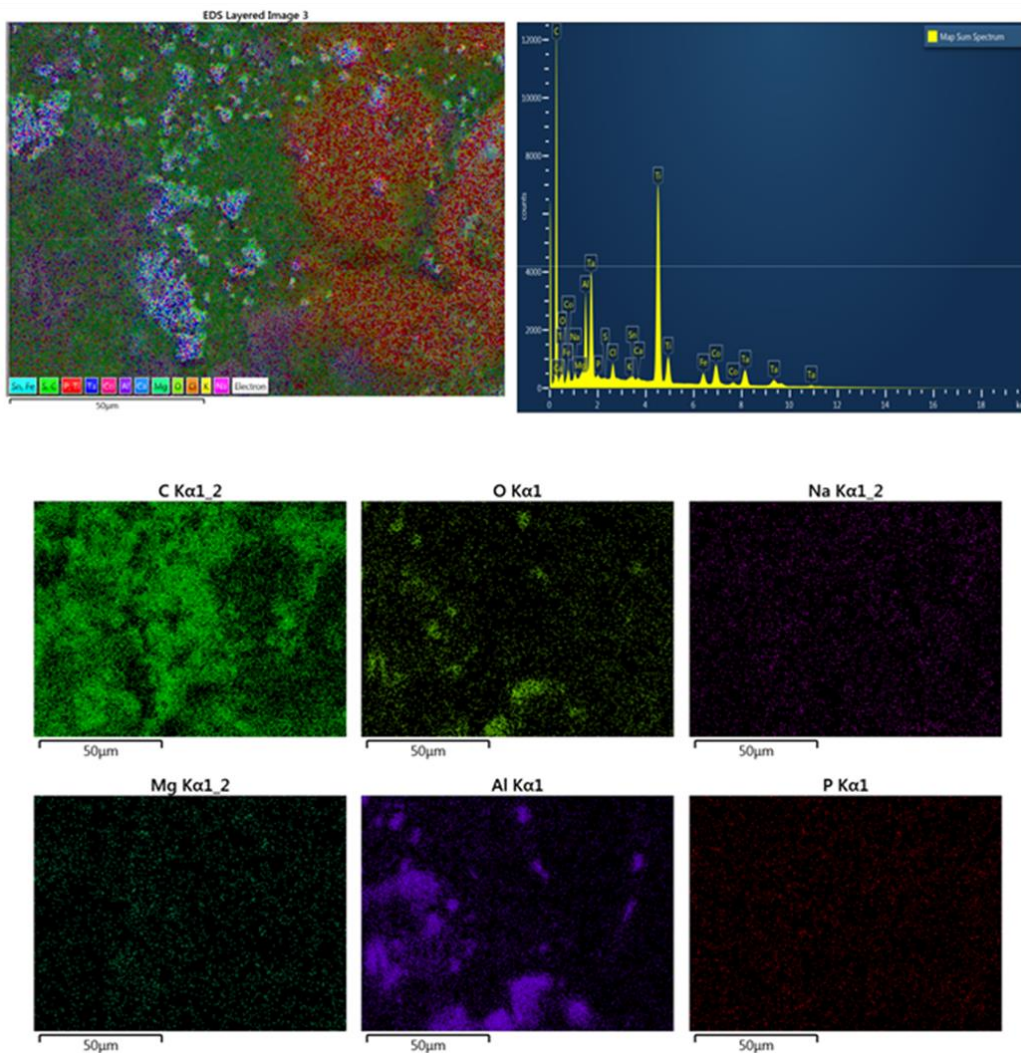


Figura 125. Microscopia electrónica de Barrido Solución Hank's

4.10.1.3 Microscopia Electrónica de Barrido + EDS, Solución Hank's

El análisis químico por EDS se puede apreciar la presencia de Ti-Fe, TiO en la superficie. Por otro lado, los resultados del análisis químico de la superficie corroída de las muestras, generan grandes concentraciones de cloro, magnesio, sodio, hierro, cromo y oxígeno, indicando la probable formación de un óxido de cromo, ver figura 126. Esto se puede ver que, por encima de su potencial de corrosión, todos los aceros muestran una tendencia a ralentizar la corrosión al aumentar el potencial aplicado. Esta tendencia parece corresponder a un intento de desarrollar una región

pasiva debido a la formación de un Cr_2O_3 película protectora en su superficie. Regularmente los aceros inoxidable austeníticos son esencialmente aleaciones de Fe-Cr-Ni, y se sabe que la adición de cromo mejora su resistencia a la corrosión. El níquel es el elemento de sustitución básico utilizado para la estabilización de la austenita a todas las temperaturas. A menudo, los elementos de aleación, ya sea intersticial como C o N o sustitutivos como Mo, Mn, Ti y Nb, se utilizan para obtener las propiedades requeridas [75].



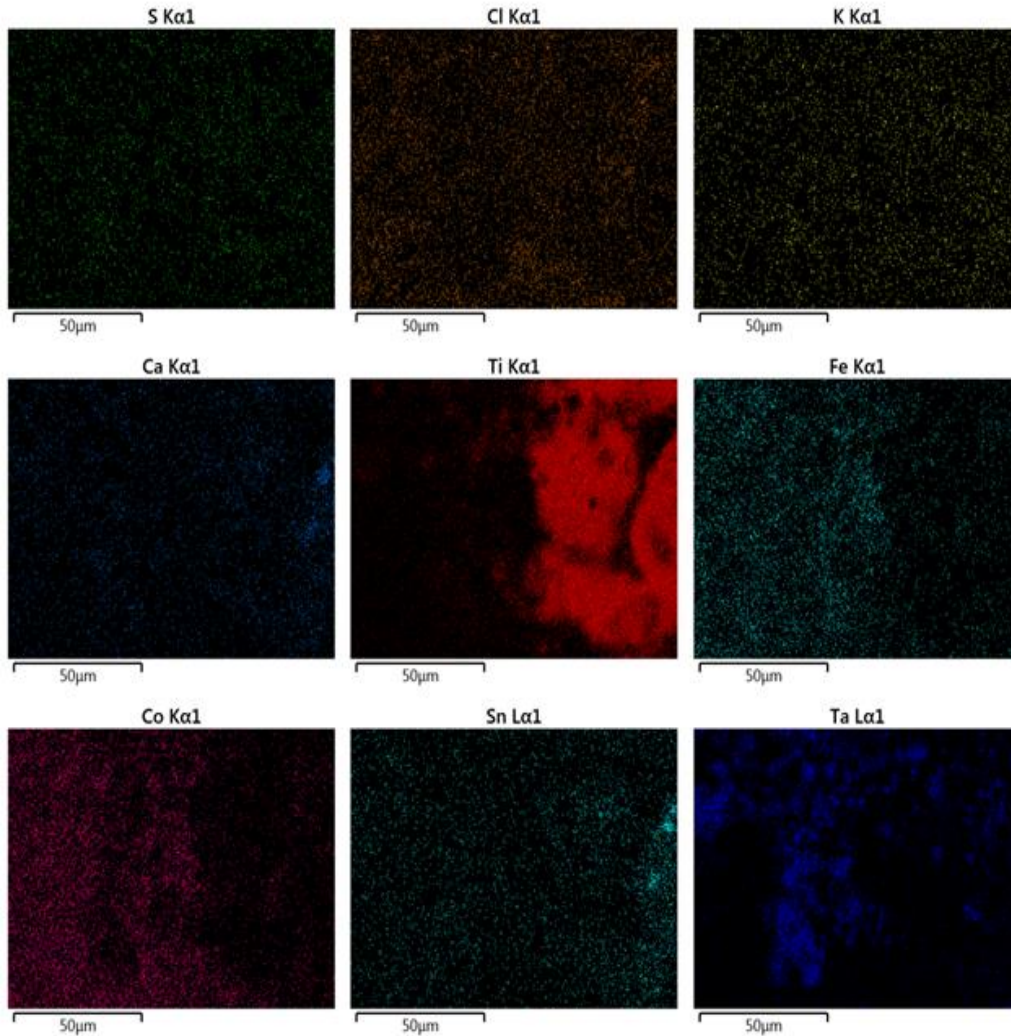


Figura 126. EDS Solución Hank's

De acuerdo con los parámetros electroquímicos obtenidos de las curvas de polarización, se puede apreciar que el presenta un E_{corr} más noble, mientras que la espuma presentó el E_{corr} más activo. En cuanto a las densidades de corrosión, la espuma base Ti presenta una densidad ligeramente menor que el acero inoxidable. Ambas aleaciones presentan un comportamiento activo de disolución.

4.10.2 Solución Salival Curvas de Tafel

La figura 127 muestra las curvas de Polarización de las muestras de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's en solución de Hank's. La resistencia a la polarización puede relacionarse con la velocidad de corrosión general de los metales en su potencial de corrosión o cerca de ellos, E_{corr} . Las medidas de resistencia a la polarización son una forma precisa y rápida de medir la velocidad de corrosión general. El monitoreo de corrosión en tiempo real es una aplicación común. La técnica también se puede utilizar como una forma de clasificar aleaciones, inhibidores, etc., en orden de resistencia a la corrosión general. Comparando los resultados con la solución Hank's las curvas de Tafel tiene el mismo comportamiento por lo que podemos textualizar los mismos resultados que en el ensayo anterior.

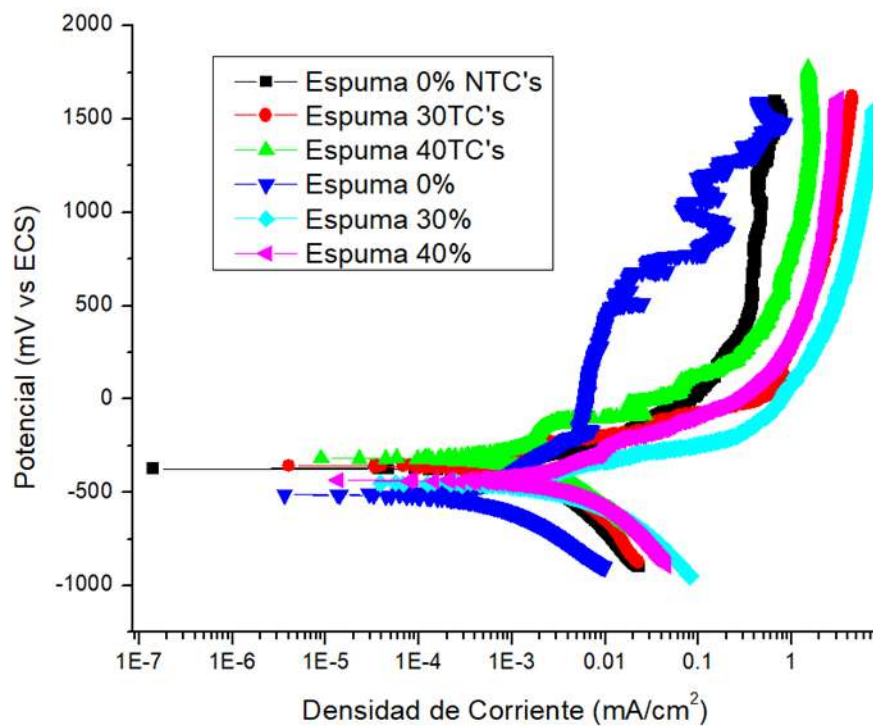


Figura 127. Curvas de tafel Solución Salival

Donde el E_{corr} proporciona una calificación termodinámica relativa de un metal o aleación en un entorno determinado. Un aumento de E_{corr} en la dirección positiva indica la formación de una película pasiva, y un E_{corr} constante indica que la película permanece intacta y protectora, pero una caída de E_{corr} en la dirección negativa indica roturas en la película, disolución de la película o sin formación de película.

4.10.2.1 Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) Solución Salival

En la figura 128 podemos observar que las gráficas de Impedancia para las diferentes espumas de las muestras de Ti de aleación con y sin NTC's, existe una curvas de Impedancia real e imaginaria muy pronunciadas donde podemos decir que es menos susceptible a la corrosión. Los diagramas de Nyquist exhiben semicírculos imperfectos debido a la superficie de homogeneidad de las aleaciones Ti-Ta-Sn.

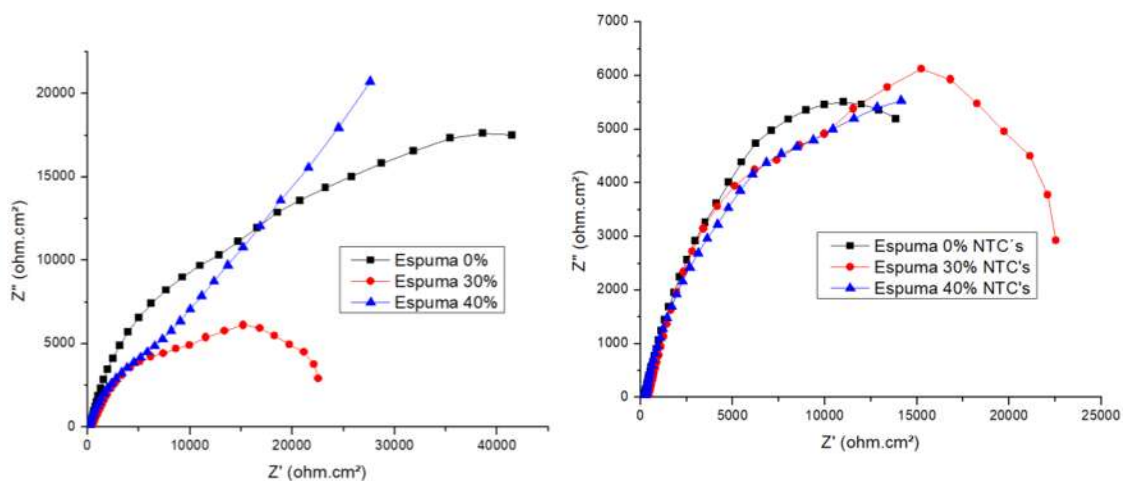


Figura 128. Curvas de Impedancia de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's en solución Salival

La representación Bode de las aleaciones Ti-Ta-Sn obtenidas en solución Salival son mostradas en las gráficas de la figura 129, donde se observa una buena sincronización entre la fase y la frecuencia, dentro de los elementos transitorios de Bode crea una pasivación de los elementos en donde la corrosión no es un problema, debido a que se puede denominar como un incremento en el activo

superficie y la capa de pasivación. Los valores de R_p exhiben una buena concordancia entre ambas pruebas electroquímicas. En esta investigación, los parámetros de impedancia tienen la forma típica para la presencia de la película pasiva generada por las adiciones de los elementos (como se ve en la figura 131).

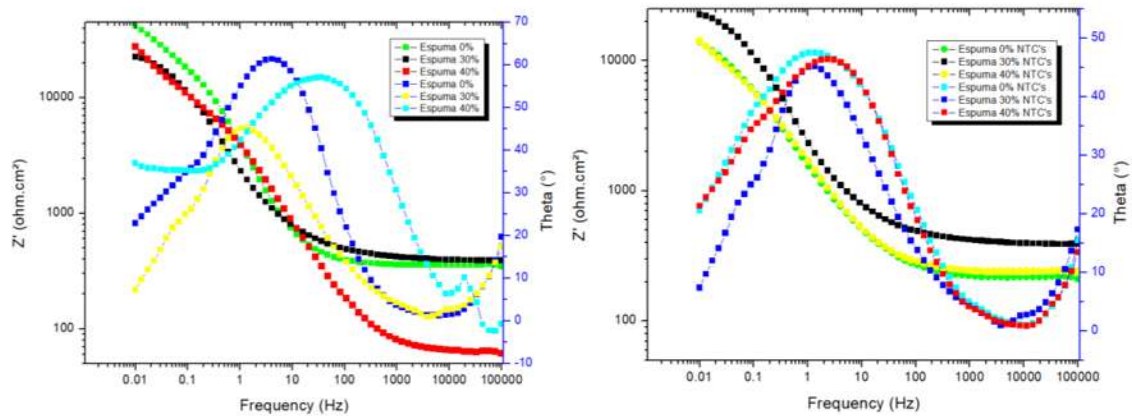


Figura 129. Graficas de Bode de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's en solución Salival

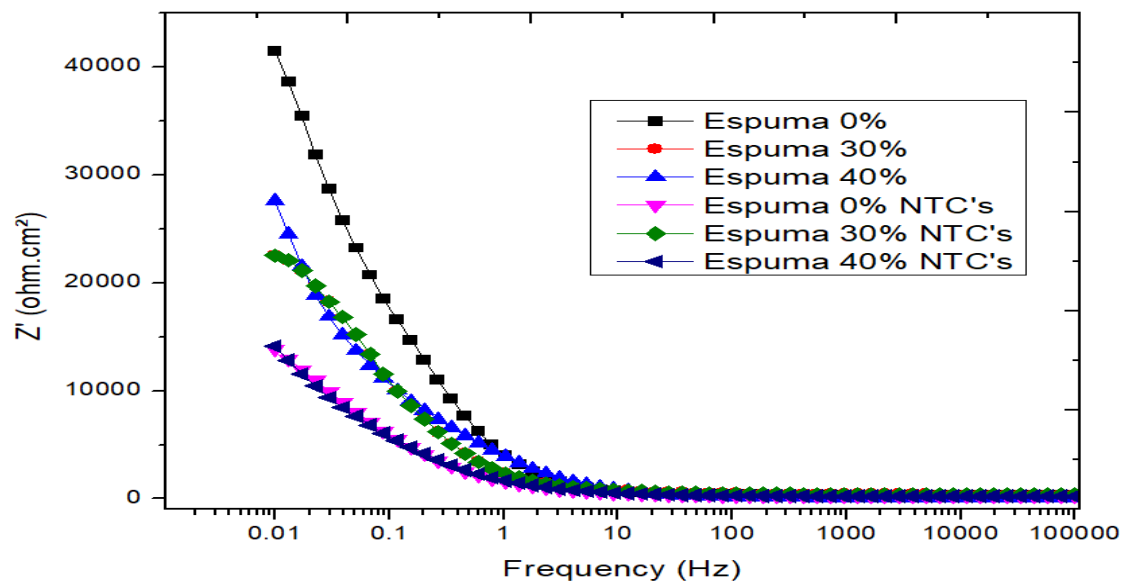


Figura 130. Grafica de Bode solución Salival

4.10.2.2 Microscopia Electrónica de Barrido Solución Salival

La Figura 131 muestra las imágenes representativas a 10X, 50X y 100X de magnificación de las muestras. En la figura a) y b) por SED y BED es posible observar una clara distribución corrosión de la solución salival, en las figuras c), d), e) y f) se observa la misma tonalidad uniforme, pero en la zona donde se sometió a la prueba electroquímica se formó una película cuarteada y pareciera que se desprende por la misma degradación debido a la corrosión, aunque esta puede ser inclusive una película que pueda proteger a la muestra.

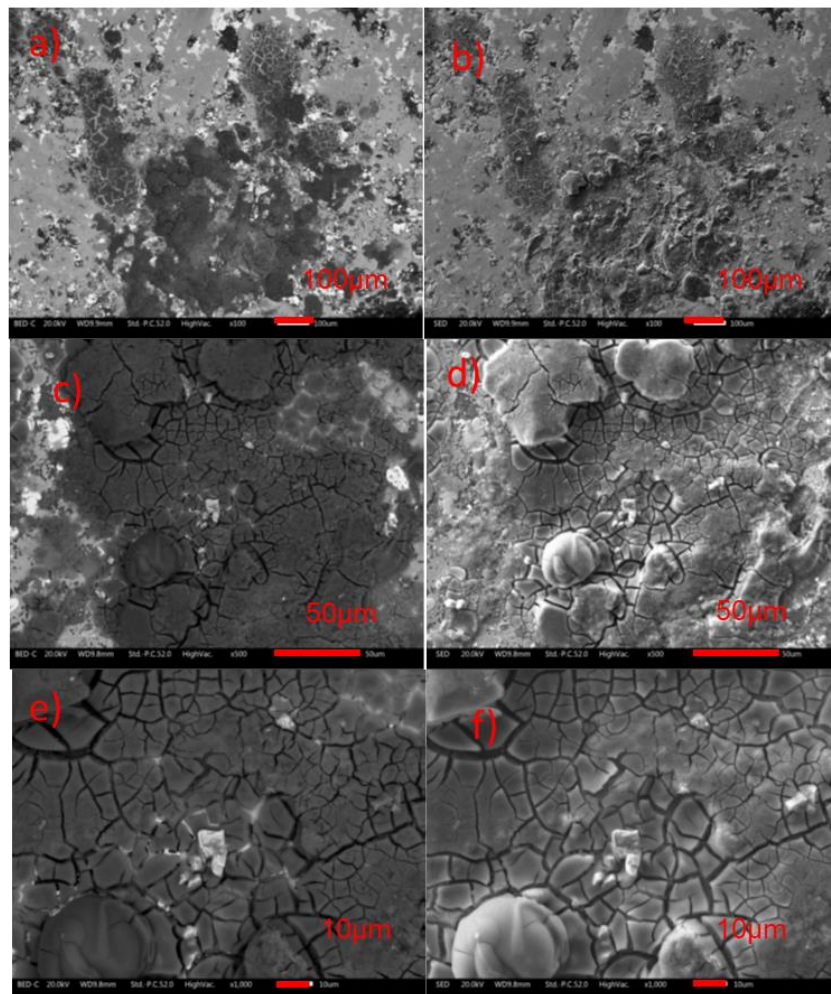


Figura 131. Imágenes MEB a diferente magnificación de las muestras de Ti-Ta-Sn en solución Salival

4.10.2.3 Microscopia Electrónica de Barrido + EDS, Solución Salival

Se le realizó un microanálisis por energía dispersiva (EDS) a cada una de las probetas. Las imágenes corresponden al área de la probeta en donde se realizó el EDS, el resto de las imágenes de acuerdo a un color en específico indican en qué lugar del área analizada se presenta el elemento indicado. Se observa que en todas las áreas la distribución de los elementos de la aleación es homogénea. Esto debido a que una técnica que analiza la superficie, cuando esta no es plana el análisis EDS no distingue ningún elemento por lo que se ven zonas negras, en consecuencia, los poros se presentan como zonas negras. La Figura 132 muestran los EDS de las espumas de Ti-Ta-Sn con y sin NTC's que representan los resultados obtenidos en la mayoría de las probetas.

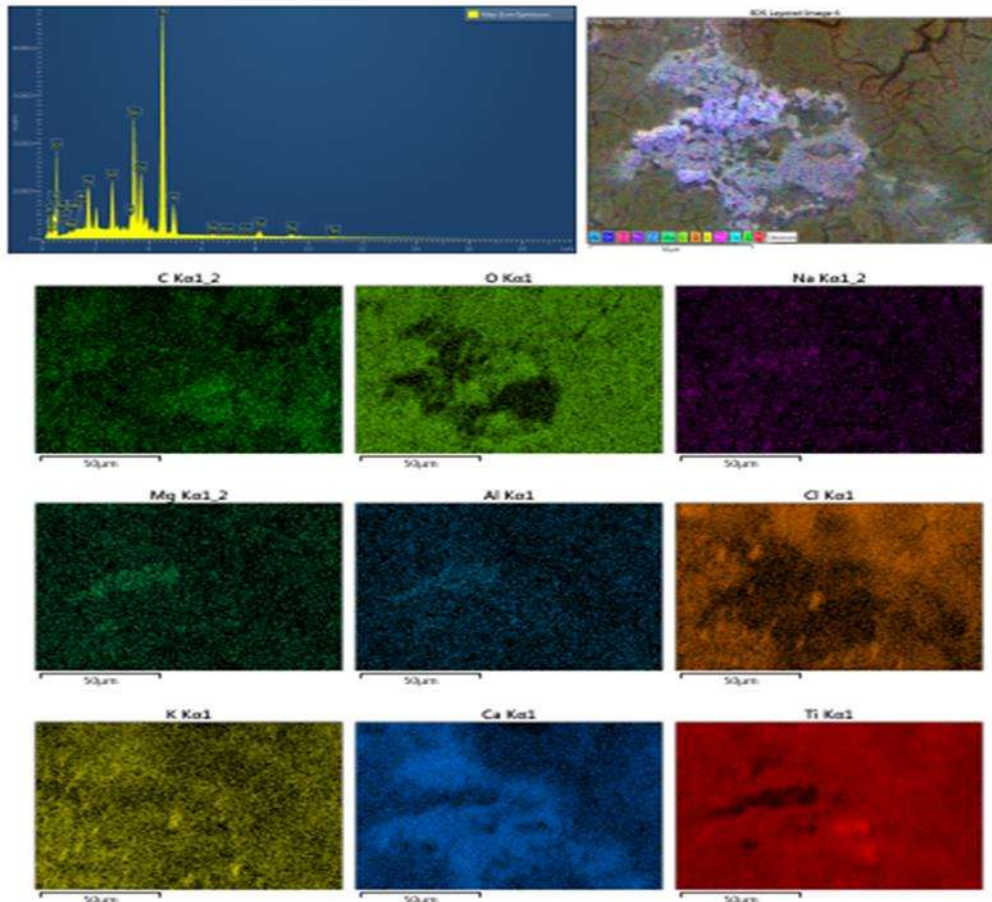


Figura 132. Análisis EDS de Ti-Ta-Sn en Solución Salival

5. CONCLUSIONES

Los resultados presentados de la síntesis y caracterización de la aleación metálica de Ti-Ta-Sn con nanotubos de carbono para aplicaciones biomedicas con diferente grado de espaciador podemos concluir lo siguiente:

Los polvos aleados por mezcla mecánica se encontró la formación de una fase fcc en las todas las aleaciones.

En la parte de Microscopia Óptica se observó una concentración volumétrica, se corrobora la formación de micro y macro poros formados en las microestructuras con una distribución no homogénea.

En los resultados de DRX existe una gran presencia de Ti β , SnTa, TiTa, Sn, Ta, así como, óxidos de Titanio.

Los resultados de porosidad el valor que se obtuvo fue un valor superior respecto a la porosidad establecida. Su valor fue mínimo en la mayoría de las muestras de Ti y sus aleaciones.

Los resultados obtenidos en las caracterizaciones nos permiten evaluar nuestro material y comparar con los resultados del hueso humano. Entendemos que el comportamiento mecánico es demasiado complejo debido a su heterogeneidad, viscoelasticidad y su forma anisotrópica. Los ensayos de propiedades mecánicas por el ensayo de ultrasonido, microdureza Vicker's presentaron resultados semejantes a los comerciales. Se tendrá que valorar algunos cambios para poder alcanzar su modulo elástico y su módulo de corte para la determinación de la resistencia ósea. En relación a la corrosión es un material con una excelente resistencia a la corrosión a la solución Hank's. Lo que hace un buen candidato a reemplazo aleaciones comerciales aplicadas en la biotecnología.

Los valores del Módulo de Young en las probetas se sometieron al ensayo podemos observar que la probeta M7P1 Bulk = 223.15 GPa, sobre pasa los valores comerciales de aceros y CoCr para aplicaciones biomedicas, En la probeta M8P1 30% = 53.02 GPa, el valor de Modulo de Young cuenta con buenas propiedades mecánicas la cual se encuentra entre la fase β de las aleaciones metálicas para aplicaciones biomedicas, la muestra con nanotubos de carbono M13Al Bulk = 109.46 GPa el valor obtenido se encuentra dentro de las propiedades mecánicas de $\alpha+\beta$. Las muestras M9P1 40% = 0, M15Al 30% = 0, M17Al 40% = 0. No se observó ninguna lectura debido a que el indentador penetraba sobre porosidades de las mismas. El cual se analizarán nuevamente para poder obtener valores y poder comparar sus propiedades mecánicas con las anteriores.

En la parte de corrosión podemos concluir que, de acuerdo con los parámetros electroquímicos obtenidos de las curvas de polarización, se puede apreciar que todas las muestras presentan un E_{corr} más noble, mientras que la espuma presentó el E_{corr} más activo. En cuanto a las densidades de corrosión, la espuma base Ti-Ta-Sn 0%, 30% y 40% presenta una densidad ligeramente menor que las de Ti-Ta-Sn NTC's 0%, 30% y 40%. Ambas aleaciones presentan un comportamiento activo de disolución.

Podemos concluir que la probeta de Ti-Ta-Sn con 30% sin nanotubos de carbono con un Módulo de Young de 53.02 GPa, es la probeta que cuenta con buenas propiedades mecánicas la cual se encuentra entre la fase β de las aleaciones metálicas para aplicaciones biomedicas.

Se recomienda realizar pruebas de Toxicidad y Tribocorrosión para obtener más parámetros y fortalecer los resultados obtenidos de la aleación.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] M. Geetha, A. K. Singh, R. Asokamani, and A. K. Gogia, "Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants - A review," *Progress in Materials Science*, vol. 54, no. 3, pp. 397–425, May 2009, doi: 10.1016/j.pmatsci.2008.06.004.
- [2] I. Mutlu, "Synthesis and characterization of Ti-Co alloy foam for biomedical applications," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, vol. 26, no. 1, pp. 126–137, 2016, doi: 10.1016/S1003-6326(15)64028-6.
- [3] M. Niinomi, "Recent metallic materials for biomedical applications," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, no. 3, pp. 477–486, 2002, doi: 10.1007/s11661-002-0109-2.
- [4] I. H. Oh, N. Nomura, N. Masahashi, and S. Hanada, "Mechanical properties of porous titanium compacts prepared by powder sintering," *Scripta Materialia*, vol. 49, no. 12, pp. 1197–1202, 2003, doi: 10.1016/j.scriptamat.2003.08.018.
- [5] C. Aguilar *et al.*, "Synthesis and characterization of Ti-Ta-Nb-Mn foams," *Materials Science and Engineering C*, vol. 58, pp. 420–431, 2016, doi: 10.1016/j.msec.2015.08.053.
- [6] J. Rivard, V. Brailovski, S. Dubinskiy, and S. Prokoshkin, "Fabrication, morphology and mechanical properties of Ti and metastable Ti-based alloy foams for biomedical applications," *Materials Science and Engineering C*, vol. 45, pp. 421–433, 2014, doi: 10.1016/j.msec.2014.09.033.
- [7] A. Nouri, X. Chen, Y. Li, Y. Yamada, P. D. Hodgson, and C. Wen, "Synthesis of Ti-Sn-Nb alloy by powder metallurgy," *Materials Science and Engineering A*, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.10.010.
- [8] W. Niu, C. Bai, G. B. Qiu, and Q. Wang, "Processing and properties of porous titanium using space holder technique," *Materials Science and Engineering A*, vol. 506, no. 1–2, pp. 148–151, 2009, doi: 10.1016/j.msea.2008.11.022.
- [9] N. Jha, D. P. Mondal, J. Dutta Majumdar, A. Badkul, A. K. Jha, and A. K. Khare, "Highly porous open cell Ti-foam using NaCl as temporary space holder through powder metallurgy route," *Materials and Design*, vol. 47, pp. 810–819, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2013.01.005.
- [10] J. Banhart, "Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams," *Progress in Materials Science*, vol. 46, no. 6, pp. 559–632, 2001, doi: 10.1016/S0079-6425(00)00002-5.

- [11] I. Mutlu and E. Oktay, "Characterization of 17-4 PH stainless steel foam for biomedical applications in simulated body fluid and artificial saliva environments," *Materials Science and Engineering C*, vol. 33, no. 3, pp. 1125–1131, 2013, doi: 10.1016/j.msec.2012.12.004.
- [12] L Pérez et al., *Mat and Design* 83 (2015), 276
- [13] M. Teixeira et al., *Microsc and Microanal* 21 (2015), 55
- [14] VN Popov *Mater Sci Eng R* 43 (2004), 61
- [15] Y Pérez et al., *J of Mat Process Technol* 212 (2012), 1061
- [16] He CN et al., *Carbon* 48 (2010), 93
- [17] S K Smart et al., *Carbon* 44 (2006), 1034
- [18] C. Parra et al., *ACS Appl. Mater. Interf* 7 (2015) 6430.
- [19] M. Topsakal, H. Sahin, S. Ciraci, *Phys Rev B* 85 (2012) 155445.
- [20] V. Berry, *Carbon* 62 (2013) 1.
- [21] C. Lee et al., *Science* 321 (2008) 385.
- [22] S. Iijima et al., *Nature* 56 (1991), 354
- [23] I. Alfonso et al., *Compos Struct* 127 (2015), 420
- [24] B. Chen et al., *Compos Sci and Technol* 113 (2015), 1
- [25] SR Bakshi et al *Inter Mater Rev* 55 (2010), 41
- [26] SC Tjong *Mater Sci Eng R* 74 (2013), 281
- [27] W Sheh et al., *Prog in Org Coat* 90 (2016), 139
- [28] L Jiang et al., *Carbon* 50 (2012), 1993
- [29] K. Li et al., *Corros Rev* 31 (2013) 73.
- [30] R. Kurissery et al., *Mater Trans* 46 (2005) 1636.
- [31] C.W. Keevil, *Water Sci Technol* 49 (2010) 91.
- [32] D.C. Hansen, *Electrochem. Soc. Interface* 31 (2008).
- [33] L.B. Beech et al., *Int J Artif Organs* 29 (2006) 4.
- [34] C. Parra et al., *ACS Appl Mater Interfaces* 7 (2015) 6430.
- [35] C. Parra et al., *J. Nanobiotechnology* 13 (2015) 82.
- [36] S. Pogodin et al., *ACS Nano* 4 (2010) 5293.

- [37] Li, Y., et al., New developments of Ti-based alloys for biomedical applications. *Materials*, 2014. 7(3): p. 1709-1800.
- [38] Hanawa, T. Recent development of new alloys for biomedical use. in *Materials science forum*. 2006. Trans Tech Publ.
- [39] Carman, A., et al., Role of alloying elements in microstructure evolution and alloying elements behaviour during sintering of a near- β titanium alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2011. 528(3): p. 1686-1693.
- [40] Baker, H. and H. Okamoto, Alloy phase diagrams. ASM International, ASM Handbook., 1992. 3: p. 501.
- [41] C. M. Villar, «Pulvimetalurgia: En Busca de Nuevos Materiales,» *Metal Actual*, nº Capítulo 4, pp. 5-9.
- [42] S. K. Lascano, «Obtención y caracterización de Ti c.p. poroso para aplicaciones biomédicas,» 2012.
- [43] R. German, Particle Packing Characteristics, Metal Powder Industries Federation Publishers, 1989.
- [44] Revista de Ingeniería, «Una introducción a la pulvimetalurgia o metalurgia de polvos,» 2016. [En línea]. Available: <http://www.revistadeingenieria.com/>. [Último acceso: octubre 2017].
- [45] F. Díaz del Castillo Rodríguez, *Lecturas de ingeniería 10: Espumas metálicas*, Cuautitlán Izcalli, 2009.
- [46] F.H. Froes, *TITANIUM Physical Metallurgy Processing and Applications*, ASM International, 2015.
- [47] M. J. Donachie, *Titanium: A Technical Guide*, ASM International, 2000.
- [48] J. Murray, *Phase Diagrams of Binary Titanium Alloys*, Ohio: ASM International, 1987.

- [49] Y li, et al., New developments of Ti-Based alloys for biomedical applications Materials 7 (3) 2015, 1709-1800
- [50] M.T. Mohammed, Z.A. Khan, A.N. Siddiquee, Beta titanium alloys: the low estelastic modulus for biomedical applications: a review, Int. J. Chem. Mol. Nucl. Mater. Metall. Eng. 8 (2014) 788-793.
- [51] Gibson, L.J., Ashby, M.F., 1997. Cellular Solids: Structure and Properties, 2nd edition. Cambridge University Press.
- [52] G. He and M. Hagiwara, "Ti alloy design strategy for biomedical applications," Materials Science and Engineering C, vol. 26, no. 1, pp. 14–19, Jan. 2006.
- [53] Y.L. Zhou, M. Niinomi, and T. Akahori, Effects of Ta Content on Young Modulus and Tensile Properties of Binary Ti-Ta Alloys for Biomedical Applications, Mater. Sci. Eng. A, 2004, 371(1–2), p 283–290.
- [54] L. Lu, M. O. Lai, and S. Zhang, "Diffusion in mechanical alloying," Journal of Materials Processing Technology, vol. 67, no. 1–3, pp. 100–104, May 1997.
- [55] C. H. White, "Nickel Base Alloys," in The Development of Gas Turbine Materials, G. W. Meetham, Ed. Dordrecht: Springer Netherlands, 1981.
- [56] R. R. Boyer and R. D. Briggs, "The Use of Beta Titanium Alloys in the Aerospace Industry," Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 14, no. 6, pp. 681–685, Dec. 2005.
- [57] M. Peters, J. Kumpfert, C. H. Ward, and C. Leyens, "Titanium alloys for aerospace applications," Advanced Engineering Materials, vol. 5, no. 6. WILEY-VCH Verlag, pp. 419–427, 26-Jun-2003.
- [58] H. A. S. Ratner B.D., biomaterials science, an introduction to materials in medicine. Elsevier Academic Press, 2004.

- [59] M. T. Mohammed, Z. A. Khan, and A. N. Siddiquee, "Beta-Titanium-Alloys-The-Lowest-Elastic-Modulus-for-Biomedical-Applications-A-Review," *International Journal of Chemical*, vol. 8, no. 8, pp. 822–827, 2014.
- [60] V. P. Mantripragada, B. Lecka-Czernik, N. A. Ebraheim, and A. C. Jayasuriya, "An overview of recent advances in designing orthopedic and craniofacial implants," *Journal of Biomedical Materials Research - Part A*, vol. 101, no. 11, pp. 3349–3364, 01-Jun-2013.
- [61] Q. Chen and G. A. Thouas, "Metallic implant biomaterials," *Materials Science & Engineering R*, vol. 87, pp. 1–57, 2015.
- [62] M. Niinomi and D. D. Sc, "Metallic biomaterials," pp. 105–110, 2008.
- [63] P. F. Santos et al., "Development and Performance of Low-Cost Beta-Type Ti-Based Alloys for Biomedical Applications Using Mn Additions," in *Interface Oral Health Science 2016*, Singapore: Springer Singapore, 2017, pp. 229–245.
- [64] Bergmann, C. P., Stumpf, A. *Dental Ceramics. Microstructure, Properties and Degradation*, topics in Mining, Metallurgy and Materials Engineering. Séptima Edición. Editorial Springer-Verlag. (2013).
- [65] M. Hiiller, G. G. Chernik, E. L. Fokina, and N. I. Budim, "Mechanical alloying in planetary mills of high accelerations," *Reviews on Advanced Materials Science*, vol. 18, no. 4, pp. 366–374, 2008.
- [66] M. T. Mohammed, Z. A. Khan, and A. N. Siddiquee, "Beta-Titanium-Alloys-The-Lowest-Elastic-Modulus-for-Biomedical-Applications-A-Review," *International Journal of Chemical*, vol. 8, no. 8, pp. 822–827, 2014.
- [67] M. Oehring and R. Bormann, "Nanocrystalline alloys prepared by mechanical alloying and ball milling," *Materials Science and Engineering A*, vol. 134, no. C, pp. 1330–1333, Mar. 1991.

- [68] H. Hertz, "On the contact of elastic solids," J. Reine Angew. Math. 92, 1881, pp. 156–171. Translated and reprinted in English in Hertz's Miscellaneous Papers, Macmillan & Co., London, 1896, Ch. 5.
- [69] A. Bautista, J. H. Camacho, M. Salazar, E. Chigo y A. Macias, «Esfuerzo triaxial ideal de Ti, Zr y Hf con estructura fcc: un estudio de primeros principios,» Revista mexicana de física, México, 2011.
- [70] A. Aguayo, G. Murrieta y R. de Coss, «Phys,» 2002.
- [71] ASTM, "Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements" ASTM G102-89, ASTM International, West Conshohocken, Pa, USA, 2015.
- [72] Baker, H. and H. Okamoto, Alloy phase diagrams. ASM International, ASM Handbook., 1992. 3: p. 501.
- [73] ASTM, "Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements" ASTM G59-97, ASTM International, West Conshohocken, Pa, USA, 2014.
- [74] M. C.-D. V. S.-B. L.-G. J. Porcayo-Calderón, Bioinorgani Chemestri and Applications Volume, 2015.
- [75] Chávez, J., Jimenez, O., Diaz-Luna, J., Bravo-Barcenas, D., Alvarado-Hernández, F., Flores, M., & Suárez-Martínez, R. (2020). Microstructure and corrosion characterization of a Ti-30Zr alloy with Ta additions processed by arc-melting for biomedical applications. Materials Letters, 129041. doi:10.1016/j.matlet.2020.129041

APENDICES

APENDICE 1

3er. Semestre.

Estancia Universidad Técnico Federico Santa María, Valparaíso Chile.

Se asistió a dos cursos

"Desarrollo de Materiales Avanzados a través de Metalurgia de Polvos" del 25 al 28 de septiembre de 2017 Impartido por el **Dr. Aloisio Nelmo Klein** del Laboratorio de Materiales de la Universidad Federal de Santa Catarina.

"Desgaste y Tribología en Materiales de Ingeniería" del 23 al 26 de octubre 2017. Impartido por el **PhD. José Daniel Biasoli de Mello**, Profesor Investigador del Laboratorio de Materiales, de la facultad de Ingeniería Mecánica de la Universidad Federal de Santa Catarina.



Figura 133. Precursores para la generación de los Nanotubos de carbono



Figura 134. Polvos Metálicos para la generación de las probetas

APENDICE 2

Publicaciones Generadas

MRS Advances
<https://doi.org/10.1557/a63580-023-00407-0>

ORIGINAL PAPER

Analysis of mechanical and electrochemical properties of Ti-Ta-Sn foam

A. A. Mejía-Hernández¹ · L. Bájra-Gómez² · S. Domínguez-García³ · A. Bájra-Vega² · E. Alfonso-López⁴

Received: 28 September 2022 / Accepted: 17 November 2022
 © The Author(s), under exclusive license to The Materials Research Society 2022

Abstract
 In this work, the mechanical and electrochemical behavior of a Ti-Ta-Sn foam is analyzed, since, this combination of elements may be used as biomaterial for medical implants due to its good properties. This foam was characterized by means of X-Ray diffraction and scanning electron microscopy, moreover, its density, young's modulus, and corrosion resistant were measured and compared versus 316-L stainless steel, which is a common biomaterial used to fabricate medical implants. The results indicate that Ti-Ta-Sn foam is resistant to electrochemical corrosion due to the formation of a protective film and also behaves with better mechanical properties than 316-L stainless steel.

Introduction
 Although, there are some acceptable stainless steels for surgical material, owing to its physical and chemical properties, unfortunately, these alloys still present compatibility difficulties with human body [1], so it is necessary to develop new materials that overcome the stainless steel behavior. One of the best materials to replace steels are the Titanium-based foams which are widely used in biomaterial medical and dental implants, besides, there are some elements that have excellent mechanical, chemical, and physical properties which can be combined with titanium to enhance the resistance to corrosion and the modulus of elasticity of the functional prosthesis [2, 3].
 In the Ti alloy, the elements Ta and Sn were used as stabilizers, Ta is a non-toxic element used for orthopedic applications and Sn is a soft, flexible, and cheap element, both elements behave as temperature stabilizers and can improve corrosion resistance, due to the formation of a protective oxide film, giving the surface an excellent resistance to corrosion [4].
 In different studies, where titanium alloys are used as biomaterial, it has been found out that they have a better modulus of elasticity than 316-L stainless steel, one of the most used stainless steels for biomedical implants, however, it is not yet known which one is better for resisting corrosion, therefore, in this work a Ti-Ta-Sn foam is tested in an electrochemical experiment and it is compared versus 316-L steel corrosion resistance.

Methodology
 The procedure to carry out this research consists of four steps (Fig. 1): first, Ti-Ta-Sn foam was fabricated ("Fabrication of the Ti-Ta-Sn foam" section) and characterized ("Characterization of the Ti-Ta-Sn metal alloy" section); second, density of foam and stainless steel were computed ("Density of 316-L stainless steel and Ti-Ta-Sn foam" section); third, Young's modulus of the foam and stainless steel were measured ("Young's modulus of Ti-Ta-Sn and 316-L stainless steel" section); fourth, electrochemical tests were performed to both Ti-Ta-Sn foam and stainless steel ("Electrochemical test").

Fabrication of the Ti-Ta-Sn foam
 The space holder method was used for the manufacture of the titanium-based metal alloy foam, which consists

✉ A. A. Mejía-Hernández
 1642569@amr.mex

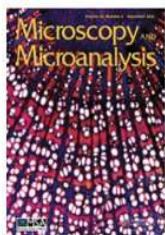
¹ Programa de la Facultad en Ingeniería Médica, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Ciudad Universitaria, Morelia, Michoacán, México

² Programa de la Facultad en Ingeniería Química, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Ciudad Universitaria, Morelia, Michoacán, México

⁴ Instituto de Investigaciones en Metales, Campus Morelia, UNAM, Morelia, Michoacán, México

Published online: 06 December 2022

MRS Advances
 Springer



Microscopy and
Microanalysis

Article contents

Abstract
References

SEM Study of a Ti-Ta-Sn Ternary Alloy by Powder Metallurgy

Published online by Cambridge University Press: 22 July 2022

Abraham Mejia, Luis Béjar Gómez, Claudio Aguilar, Carolina Parra González and Ismeli Alfonso López [Show author details](#) ▾

Article Metrics



Abstract

An abstract is not available for this content so a preview has been provided. As you have access to this content, a full PDF is available via the 'Save PDF' action button.

2862
doi:10.1017/S1431927622010777

Microsc. Microanal. 28 (Suppl 1)
© Microscopy Society of America

SEM Study of a Ti-Ta-Sn Ternary Alloy by Powder Metallurgy

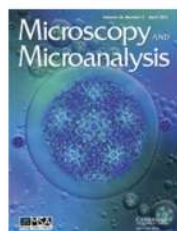
Abraham Mejia¹, Luis Béjar Gómez^{1*}, Claudio Aguilar², Carolina Parra González²,
Ismeli Alfonso López³.

¹ Facultad de Ingeniería Mecánica/Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Michoacán México.

² Departamento de Ingeniería Metalurgia y Materiales/Universidad Técnica Federico Santa María, Valparaíso, Chile.

³ Instituto de Investigaciones en Materiales, Unidad Morelia/Universidad Nacional Autónoma de

Access



Microscopy and
Microanalysis

Article contents

Abstract
References

Analysis of Raman Spectroscopy and SEM of Carbon Nanotubes Obtain by CVD

Published online by Cambridge University Press: 01 August 2018

L. Béjar, Abraham A. Mejia, C. Parra, C. Aguilar, A. Medina, S E. Borjas-García and J. L. Bernal [Show author details](#) ▾

Article Metrics



Abstract

An abstract is not available for this content so a preview has been provided. As you have access to this content, a full PDF is available via the 'Save PDF' action button.

1092
doi:10.1017/S1431927618005949

Microsc. Microanal. 24 (Suppl 1)
© Microscopy Society of America

Analysis of Raman Spectroscopy and SEM of Carbon Nanotubes Obtain by CVD

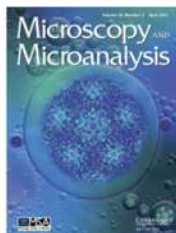
L. Béjar¹, Abraham A. Mejia², C. Parra³, C. Aguilar⁴, A. Medina¹, S E. Borjas-García¹, J. L. Bernal⁵

¹ UMSNH. Ciudad Universitaria. Morelia, Michoacán, México.

² Alumno Doctorado Posgrado de la Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Ciudad Universitaria, Michoacán, México

³ Departamento de Física, Universidad Técnica Federico Santa María, Valparaíso, Chile.

⁴ Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Materiales, Universidad Técnica Federico Santa María, Valparaíso, Chile



Microscopy and
Microanalysis

Article contents

Abstract

References

Characterization of Carbon Nanotubes with TiO₂ by the (CVD) Chemical Vapor Deposition Method

Published online by Cambridge University Press: 01 August 2018

Abraham A. Mejía, L. Béjar, C. Parra, C. Aguilar, A. Medina, E. Huape Padilla, S. E Borjas-García and J. L. Bernal

Show author details

Article

Metrics



Abstract

An abstract is not available for this content so a preview has been provided. As you have access to this content, a full PDF is available via the 'Save PDF' action button.

1094
doi:10.1017/S1431927618005950

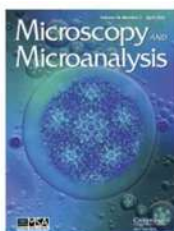
Microsc. Microanal. 24 (Suppl 1),
© Microscopy Society of America

Characterization of Carbon Nanotubes with TiO₂ by the (CVD) Chemical Vapor Deposition Method

Abraham A. Mejía¹, L. Béjar², C. Parra³, C. Aguilar⁴, A. Medina², E. Huape Padilla², S. E Borjas-García² and J. L. Bernal⁵

¹Alumno Doctorado Posgrado de la Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Ciudad Universitaria, Michoacán, México

²UMSNH. Ciudad Universitaria. Morelia. Michoacán. México



Microscopy and
Microanalysis

Article contents

Abstract

References

Study by SEM of Carbon Nanotubes Deposited by CVD Using Al₂O₃ and TiO₂ as Catalysts

Published online by Cambridge University Press: 05 August 2019

L. Béjar, E. Huape, A. Medina, Abraham A. Mejía, C. Aguilar, C. Parra and I. Alfonso

Show author details

Article

Metrics



Abstract

An abstract is not available for this content so a preview has been provided. As you have access to this content, a full PDF is available via the 'Save PDF' action button.

2384
doi:10.1017/S1431927619012650

Microsc. Microanal. 25 (Suppl 2), 2019
© Microscopy Society of America 2019

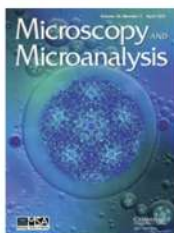
Study by SEM of Carbon Nanotubes Deposited by CVD Using Al₂O₃ and TiO₂ as Catalysts

L. Béjar¹, E. Huape¹, A. Medina¹, Abraham A. Mejía^{2*}, C. Aguilar³, C. Parra⁴, I. Alfonso⁵.

¹ Facultad de Ingeniería Mecánica, Departamento de Materiales/UMSNH. Ciudad Universitaria. Morelia, Michoacán México C.P. 58000.

² Alumno Doctorado Posgrado de la Facultad de Ingeniería Mecánica/Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Ciudad Universitaria, C.P. 58000, Michoacán, México.

³ Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Materiales/Universidad Técnica Federico Santa María, Av.



Microscopy and
Microanalysis

Article contents

Abstract

References

Scanning Electron Microscopy of the Electrochemical Corrosion Products of a Titanium Based Metallic Foam

Published online by Cambridge University Press: 05 August 2019

L. Béjar, E. Huape, A. Medina, Abraham A. Mejía, C. Aguilar and I. Alfonso

Show author details

Article Metrics



Abstract

An abstract is not available for this content so a preview has been provided. As you have access to this content, a full PDF is available via the 'Save PDF' action button.

2630
doi:10.1017/S1431927619013886

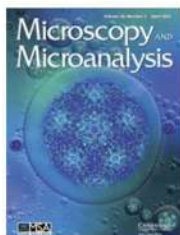
Microsc. Microanal. 25 (Suppl 2), 2019
© Microscopy Society of America 2019

Scanning Electron Microscopy of the Electrochemical Corrosion Products of a Titanium Based Metallic Foam

L. Béjar¹, E. Huape¹, A. Medina¹, Abraham A. Mejía¹, C. Aguilar², I. Alfonso¹.

¹ Facultad de Ingeniería Mecánica, Ingeniería Mecánica/Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edificio "J", Ciudad Universitaria, Morelia, Michoacán México C.P. 58000.

² Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Materiales/Universidad Técnica Federico Santa María, Av. España 1680, Valparaíso, Chile.



Microscopy and
Microanalysis

Article contents

Abstract

References

Electrochemical Study of Metallic Foams Ti-Ta-Sn Through SEM

Published online by Cambridge University Press: 30 July 2020

Abraham Mejía, Luis Bejar, Engelbert Huape, Luis Bejar-Vega, Claudio Aguilar, Carolina Parra and Ismeli Alfonso

Show author details

Article Metrics



Abstract

An abstract is not available for this content so a preview has been provided. As you have access to this content, a full PDF is available via the 'Save PDF' action button.

2198
doi:10.1017/S1431927620020784

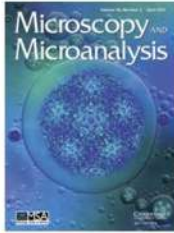
Microsc. Microanal. 26 (Suppl 2),
© Microscopy Society of America

Electrochemical Study of Metallic Foams Ti-Ta-Sn Through SEM

Abraham Mejía¹, Luis Bejar¹, Engelbert Huape¹, Luis Bejar-Vega¹, Claudio Aguilar², Carolina Parra² and Ismeli Alfonso³

¹ Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Michoacan de Ocampo, Mexico,

² Universidad Técnica Federico Santa María, Valparaíso, Valparaíso, Chile, ³ UNAM, Morelia, Michoacan de Ocampo, Mexico



Microscopy and
Microanalysis

Article contents

Abstract

References

Characterization of Ti-Ta-Sn Metallic Foams

Published online by Cambridge University Press: 30 July 2020

Abraham Mejia, Luis Bejar, Luis Bejar-Vega, Andres Bejar, Claudio Aguilar, Carolina Parra and Ismeli Alfonso

Show author details

Article Metrics

Save PDF Share Cite Rights & Permissions

Abstract

An abstract is not available for this content so a preview has been provided. As you have access to this content, a full PDF is available via the 'Save PDF' action button.

2904
doi:10.1017/S1431927620023168

Microsc. Microanal. 26 (Suppl 2),
© Microscopy Society of America

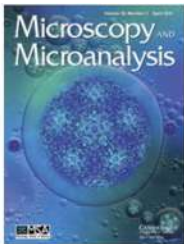
Characterization of Ti-Ta-Sn Metallic Foams

Abraham Mejia¹, Luis Bejar¹, Luis Bejar-Vega¹, Andres Bejar¹, Claudio Aguilar², Carolina Parra² and Ismeli Alfonso³

¹Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Michoacan de Ocampo, Mexico,

²Universidad Técnica Federico Santa Maria, Valparaiso, Valparaiso, Chile, ³UNAM, Morelia, Michoacan de Ocampo, Mexico

The study of biomaterials today has developed a wide diversity of titanium-based metal alloys, in order to offer a better quality of life to people with different disabilities for bone tissue replacement [1]. One of



Microscopy and
Microanalysis

Article contents

Abstract

References

Analysis of Electrochemical Corrosion in Metal form of Ti-Ta-Sn and 316-L Screw in Hank's Solution by SEM

Published online by Cambridge University Press: 30 July 2021

Abraham Mejia, Luis Bejar Gómez, Claudio Aguilar, Andres Bejar, Carolina Parra González and Guillermo Carreón

Show author details

Article Metrics

Save PDF Share Cite Rights & Permissions

Abstract

An abstract is not available for this content so a preview has been provided. As you have access to this content, a full PDF is available via the 'Save PDF' action button.

1574
doi:10.1017/S1431927621005808

Microsc. Microanal. 27 (Suppl 1),
© Microscopy Society of America

Analysis of Electrochemical Corrosion in Metal form of Ti-Ta-Sn and 316-L Screw in Hank's Solution by SEM

Abraham Mejia¹, Luis Bejar Gómez², Claudio Aguilar³, Andres Bejar¹, Carolina Parra González⁴ and Guillermo Carreón¹

¹Universidad Michoacan de San Nicolas de Hidalgo, Michoacan de Ocampo, Mexico, ²Universidad