

**DESARROLLO Y EJECUCIÓN DE UN MÉTODO PARA EL PROCESO DE
ANODIZADO DE DISPOSITIVOS MÉDICOS DE Ti6Al4V FABRICADOS POR LA
EMPRESA QUIRÚRGICOS ESPECIALIZADOS S.A.**

ANGELICA SORAYA MANCIPE MORA

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2012

**DESARROLLO Y EJECUCIÓN DE UN MÉTODO PARA EL PROCESO DE
ANODIZADO DE DISPOSITIVOS MÉDICOS DE Ti6Al4V FABRICADOS POR LA
EMPRESA QUIRURGICOS ESPECIALIZADOS S.A.**

ANGELICA SORAYA MANCIPE MORA

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar el título de Ingeniera
Metalúrgica**

**TUTOR POR PARTE DE LA UNIVERSIDAD
CUSTODIO VÁSQUEZ QUINTERO
M.Sc. Ingeniero Metalúrgico**

**TUTOR POR PARTE DE LA EMPRESA
NERLY DEYANIRA MONTAÑEZ SUPELANO
M.Sc. Ingeniera Química**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2012

AGRADECIMIENTOS

A mi mamá, por ser el motor de mi vida y quien me inspira a ser mejor cada día, a mis abuelitos, por ser esos ángeles en el cielo, que me llenaron de fuerzas cuando más lo necesitaba, a mi tío y a mi tía por ser los buenos ejemplos que son para sus hijos, a mis primos y primas por su incondicional amistad y cariño.

A Armando Vásquez, por dejarme ser parte de su vida y por querer ser siempre mi apoyo incondicional.

A mis compañeros, por lograr que la academia fuera agradable y divertida conservando el mejor de los recuerdos de ella.

A Nerly Montanez Supelano por su incondicional apoyo para que este proyecto fuera una realidad.

A DARÍO YESID PEÑA BALLESTEROS, por sus incansables esfuerzos y apoyo Incondicional.

A CUSTODIO VÁSQUEZ, director de la presente investigación por sus valiosas orientaciones en el desarrollo de la misma.

A AMBROSIO por haber tenido siempre la mejor disposición para colaborarame.

Y...a la persona que me apoyo de forma especial, para culminar este trabajo y obtener este anhelado triunfo.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	11
1. OBJETIVOS	12
1.1 OBJETIVO GENERAL	12
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	12
2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y JUSTIFICACIÓN	13
3. MARCO TEÓRICO	14
3.1 LOS BIOMATERIALES	14
3.2 ALEACIONES DE TITANIO	16
3.2.1 ALEACIÓN Ti6Al4V	18
3.2.2 Óxidos de titanio ^[17]	19
3.2.3 El titanio y la corrosión en aplicaciones biomédicas	20
3.3 ANODIZADO ELECTROLÍTICO	20
3.4 MEDIOS EN LOS QUE SE ENCUENTRAN LOS IMPLANTES	23
3.5 DISEÑO DE IMPLANTES	24
4. ESTADO DEL ARTE	25
5. METODOLOGÍA	27
5.1 ACTIVIDAD 1: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	28
5.2 ACTIVIDAD 2: PUESTA A PUNTO DE LOS EQUIPOS Y ENSAYOS PRELIMINARES	28
5.3 ACTIVIDAD 3: DISEÑO EXPERIMENTAL	29
5.4 ACTIVIDAD 4: REALIZACIÓN DE PRUEBAS EXPERIMENTALES	31
5.5 ACTIVIDAD 5: ANÁLISIS DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES:	32
5.6 ACTIVIDAD 6: ELABORACIÓN INFORME FINAL Y PROTOCOLO DE PRODUCCIÓN DEL ANODIZADO.	33
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	34
6.1 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	34
6.1.1 Caracterización química de la aleación Ti6Al4V	34
6.1.2 Caracterización metalográfica de la aleación Ti6Al4V	35
6.2 ANODIZADO POTENCIOSTÁTICO	37
6.2.1 Toma de microdurezas	38
6.2.2 Obtención de la carta de colores	41
6.2.3 Análisis de las variables	44
6.2.4 Análisis de rugosidades	47
6.3 ANÁLISIS DE LA MORFOLOGÍA DE LA SUPERFICIE ANODIZADA	47
7. CONCLUSIONES	53
8. RECOMENDACIONES	54
9. BIBLIOGRAFÍA	55

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Propiedades de aleación de titanio -----	16
Tabla 2. Variables y sus niveles en el proceso de anodizado -----	30
Tabla 3. Diseño experimental 2 ⁿ -----	31
Tabla 4. Composición de la aleación ti6al4v fuente: autor y javier sánchez -----	35
Tabla 6. Descripción de las variables usadas en el proceso de anodizado -----	40
Tabla 7. Diseño experimental 8x3 -----	40
Tabla 8. Anodizado a 5 minutos -----	42
Tabla 9. Anodizado a 3 minutos -----	43
Tabla 10. Anodizado a 2 minutos -----	44
Tabla 11. Análisis de varianza para corriente -----	46
Tabla 12. Rugosidades de las muestras anodizadas a 2 minutos, fuente: autor -----	47
Tabla 13. Variables fijas ajustadas -----	52

LISTADO DE FIGURAS

Figura 1. Metodología-----	27
Figura 2. Tornillo espinal transpedicular-----	28
Figura 3. Equipo para medidas de rugosidad hommel tester t500-----	32
Figura 4. Espectro frx aleación de ti6al4v fuente: autor y javier sánchez -----	34
Figura 5. Micrografía a 1000x del ti6al4v eli atacada por inmersión en 1ml de hf en 100 ml de agua durante 3-5 s.-----	35
Figura 6. Rack en ti6al4v -----	36
Figura 7. Montaje ensayos de anodizado laboratorio planta de quirúrgicos -----	37
Figura 8. Anodizado en discos para toma de microdurezas. a) montaje en el rack, b) anodizado con ácido cítrico 2.5 y ácido sulfúrico 2.5m y c) ácido sulfúrico 2.5m.-----	38
Figura 9. Microdurezas en función de la concentración del electrolito -----	38
Figura 10. a). diagrama de pareto para corriente (ma). b) diagrama de principales efectos. c) diagrama de efecto de interacción.-----	45
Figura 11. Aspecto superficial de los óxidos formados en la superficie. muestra de 50v a 2 minutos y cuantificación. -----	48
Figura 12. Corte transversal. muestra de 50v a 2 minutos. fuente: fem-eds uis-----	48
Figura 13. Cuantificación de la capa de óxido formada en la superficie y espectro característico. -49	
Figura 14. Cuantificación la aleación base y espectro característico. -----	50
Figura 15. Medida de la capa de óxido -----	50
Figura 16. Resultado en planta-----	52

RESUMEN

TITULO: DESARROLLO Y EJECUCIÓN DE UN MÉTODO PARA EL PROCESO DE ANODIZADO DE DISPOSITIVOS MÉDICOS DE Ti6Al4V FABRICADOS POR LA EMPRESA QUIRÚRGICOS ESPECIALIZADOS S.A. *

AUTOR: MANCIPE MORA, Angelica Soraya**

PALABRAS CLAVES: anodizado, Ti6Al4V ELI, oxido de titanio, protocolo.

CONTENIDO: Quirúrgicos Especializados S.A. es una empresa dedicada a la fabricación y comercialización de implantes quirúrgicos y sus equipos asociados. Durante su evolución ha mostrando interés por los avances que mejoran y aumentan la productividad de sus procesos, por esta razón ha establecido convenios con la Universidad Industrial de Santander en conjunto con Colciencias y el Grupo de Investigaciones en Corrosión (GIC) para estudiar y evaluar los nuevos procesos que se han venido desarrollando e implementando en la industria de la fabricación de implantes para cirugía traumática con la finalidad de entrar a competir en un mercado más amplio y exigente a nivel nacional.

El objetivo de este proyecto fue desarrollar y ejecutar un método para el proceso de anodizado de Ti6Al4V para la empresa Quirúrgicos Especializados S.A. y elaborar el protocolo para dicho proceso. El proceso de interés en este trabajo fue el anodizado de la aleación de Ti6Al4V ELI.

En este proyecto se evaluaron las condiciones de trabajo del anodizado potencioestático en ácido sulfúrico (H_2SO_4) y ácido sulfúrico (H_2SO_4) - ácido cítrico ($C_6H_8O_7$), con concentraciones de 2,5 M, se realizaron ensayos de microdureza a condiciones de 2 min y 50 V con las diferentes concentraciones lo cual permitió establecer que la mejor concentración es H_2SO_4 - $C_6H_8O_7$, debido a un aumento en la microdureza en este ultimo electrolito comparado con el electrolito ácido sulfúrico y la muestra sin anodizar. Se evidencia que el color estable de la capa anodizada dependía de la concentración del electrolito, y que el electrolito compuesto por ácido cítrico y sulfúrico es el adecuado para este proceso.

* Trabajo de Grado. Modalidad práctica empresarial** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Tutor de la universidad: Custodio Vásquez Quintero. Tutor por parte de la empresa: Nerly Deyanira Montanez Supelano.

ABSTRACT

TITLE: DEVELOPMENT AND IMPLEMENTATION OF A METHOD FOR THE ANODIZING PROCESS Ti6Al4V MEDICAL DEVICES MANUFACTURED BY THE COMPANY SPECIALIZED SURGICAL SA *

AUTHOR: MANCIPE MORA, ANGÉLICA SORAYA **

KEYWORDS: anodized, Ti6Al4V ELI, titanium oxide, protocol.

CONTENT: Quirúrgicos Especializados S.A. is a company dedicated to the manufacture and marketing of surgical implants and associated equipment. During its evolution has been showing interest in the advances that improve and increase the productivity of their processes, therefore has established agreements with the Universidad Industrial de Santander in conjunction with Colciencias and Corrosion Research Group (GIC) to study and evaluate new processes that have been developed and implemented in the industry of manufacturing implants for trauma surgery in order to compete in a market more extensive and demanding nationwide.

The objective of this project was to develop and implement a method of Ti6Al4V anodizing process for the company Quirúrgicos Especializados SA and develop the protocol for this process. The process of interest in this study was anodized alloy Ti6Al4V ELI.

This project evaluated the working conditions of potentiostatic anodizing in sulfuric acid (H_2SO_4) and sulfuric acid (H_2SO_4) - citric acid ($C_6H_8O_7$) with concentrations of 2.5 M, microhardness tests were conducted at conditions of 2 min and 50 V with the different concentrations which allowed the best concentration was $H_2SO_4 - C_6H_8O_7$, due to an increase in the microhardness in the latter compared with the electrolyte sulfuric acid and the sample unanodized. It is evident that stable color of anodised layer depended on the concentration of the electrolyte, and the electrolyte comprising citric acid and sulfuric acid is suitable for this process.

* Work Degree. Placement Mode

** Physicochemical Faculty of Engineering. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. College Tutor: Custodio Vásquez Quintero. Tutor by company: Nerly Deyanira Montañez Supelano .

INTRODUCCIÓN

En estas últimas décadas el estudio de los biomateriales ha tenido un gran auge debido a su gran demanda para la fabricación de prótesis que van a reemplazar parcial o totalmente un tejido u órgano lesionado. Debido a esto, se espera que los biomateriales seleccionados cumplan con ciertos requerimientos químicos y mecánicos. En cuanto a la parte química, se desea que el material no se degrade en presencia de fluidos corporales, y sí esto ocurre, los productos de degradación no deberían ser perjudiciales para el paciente que usa la prótesis. Además de esto, se necesita que el material sea biocompatible, es decir, sea aceptado biológicamente por el tejido que circunda la prótesis.

En el caso de prótesis óseas, el titanio y sus aleaciones, específicamente el Ti6Al4V, son los materiales que mejor satisfacen estas necesidades ya que poseen una buena combinación de resistencia a la tracción con un bajo módulo elástico, lo cual es una ventaja desde el punto de vista del fenómeno de stress shielding^[1]. Adicionalmente, el titanio genera espontáneamente una capa de óxido bastante estable que le permite ser resistente a la corrosión.

Sin embargo, se debe tener en cuenta que a pesar de que se satisfagan los requerimientos anteriores, igualmente es importante que el material utilizado, una vez haya sido implantado, posea la capacidad de resistir el contacto con tejidos blandos o duros, sin desprendimiento de capas que permitan la liberación de iones que perjudiquen la salud del paciente.

En el presente trabajo se llevó a cabo el procedimiento de anodizado en la superficie de implantes tipo tornillo de aleación de Ti6Al4V en la planta de Quirúrgicos Especializados S.A, estableciendo una carta de colores y un protocolo de proceso aplicable a planta y a anodizados en serie. Este proyecto se llevó a cabo mediante la opción de grado práctica empresarial.

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

Desarrollar un método para el proceso de anodizado en la fabricación de dispositivos médicos de Ti6AL4V para la empresa Quirúrgicos Especializados S.A.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obtener carta de colores estables por anodizado sobre los dispositivos médicos de Ti6AL4V para la empresa Quirúrgicos Especializados S.A.
- Evaluar el espesor, la rugosidad y la resistencia en fluido fisiológico simulado, para todo el rango de colores obtenidos.
- Elaborar e implementar protocolos del método de anodizado para los dispositivos médicos de Ti6AL4V para la empresa Quirúrgicos Especializados S.A.

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y JUSTIFICACIÓN

Dada la importancia del desarrollo en la fabricación de partes o implantes médicos, es importante profundizar en el estudio de las diferentes propiedades de los materiales y los efectos químicos, a los que va a estar expuesto el material sobre los parámetros de biocompatibilidad o de aceptabilidad con el organismo humano. Una de estas propiedades son los tratamientos superficiales que tienen los implantes y el estudio de cómo afectan la zona circundante al mismo. Es el ejemplo del tratamiento de anodizado, el cual modifica la superficie con la formación de un óxido controlado por la aplicación de corriente o voltaje y que hace que la capa superficial de los implantes sea más estable a la liberación de productos que pueden ser no deseados por el cuerpo humano.

Existen varias variables que afectan el proceso de anodizado y que para efectos de implementación en la planta de la empresa Quirúrgicos Especializados S.A se suman otras variables. Estas variables incluyen:

- Escalamiento del proceso
- Acabado superficial
- Dimensiones y área reales
- Superficies no homogéneas
- Diseño del montaje
- Cambio en las dimensiones de celda
- Volumen de la solución

Por la anterior razón se hace necesario el desarrollo del presente proyecto, en donde se hará un protocolo de experimentación para anodizado de dispositivos médicos de Ti6Al4V.

3. MARCO TEÓRICO

3.1 LOS BIOMATERIALES

Desde los principios de la era moderna de la química en el siglo XIX, uno de los objetivos importantes de las investigaciones en esta área ha sido el descubrimiento y desarrollo de materiales con propiedades útiles^[2].

En la actualidad el desarrollo de nuevos materiales y sistemas utilizados en medicina ha sido acelerado, observándose avances no solo en dicho campo sino también en otros campos como: la investigación sobre las propiedades físico-químicas y/o mecánicas de los materiales, el conocimiento de los procesos biológicos desencadenados como consecuencia del contacto del material con la materia viva o, por ejemplo, el diseño de prótesis con propiedades biomecánicas determinadas. Todo ello hace necesaria la integración de numerosas disciplinas para comprender el sistema biológico y su respuesta. La investigación en biomateriales, su diseño, manufactura y utilización deben ser considerados un desafío interdisciplinario en el que están implicados, entre otros, químicos, biólogos, físicos, matemáticos, ingenieros y médicos^[3].

Los biomateriales se definen como materiales biológicos comunes tales como piel, madera, o cualquier elemento que replacé la función de los tejidos o de los órganos vivos. En otros términos, un biomaterial es una sustancia farmacológicamente inerte diseñada para ser implantada o incorporada dentro del sistema vivo.

Los biomateriales se implantan con el objeto de reemplazar y/o restaurar tejidos vivientes y sus funciones, lo que implica que están expuestos de modo temporal o permanente a fluidos del cuerpo, aunque en realidad pueden estar localizados fuera del propio cuerpo, incluyéndose en esta categoría a la mayor parte de los materiales dentales que tradicionalmente han sido tratados por separado.

Debido a que los biomateriales restauran funciones de tejidos vivos y órganos en el cuerpo, es esencial entender las relaciones existentes entre las propiedades, funciones y estructuras de los materiales biológicos, por lo que son estudiados bajo tres aspectos fundamentales: materiales biológicos, materiales de implante y la interacción existente entre ellos dentro del cuerpo. Dispositivos como miembros artificiales, amplificadores de sonido para el oído y prótesis faciales externas, no son considerados como implantes.

El éxito de un biomaterial o de un implante depende de tres factores principales: propiedades y biocompatibilidad del implante, condiciones de salud del receptor, y habilidad del cirujano que realiza el implante; la física sólo se aplica al primero ^[4].

Los requisitos que debe cumplir un biomaterial son:

- Ser biocompatible, es decir, debe ser aceptado por el organismo, no provocar que éste desarrolle sistemas de rechazo ante la presencia del biomaterial.
- No ser tóxico, ni carcinógeno.
- Ser químicamente estable (no presentar degradación en el tiempo) e inerte.
- Tener una resistencia mecánica.
- Tener un tiempo de fatiga.
- Tener densidad y peso.
- Tener un diseño de ingeniería perfecto; donde, el tamaño y la forma. Ser relativamente barato, reproducible y fácil de fabricar y procesar para su producción en gran escala ^[5].

Los biomateriales pueden dividirse en varios grupos tales como los cerámicos, polímeros y metálicos. Los principales biomateriales son los aceros inoxidable los cuales son reconocidos debido a su gran trayectoria en este campo.

3.2 ALEACIONES DE TITANIO

El titanio y sus aleaciones son de interés particular para las aplicaciones biomédicas debido a su excepcional biocompatibilidad y resistencia a la corrosión. Su resistencia a la corrosión, se debe a una capa pasiva adherente de óxido de titanio (TiO₂), que excede significativamente las del acero inoxidable y de las aleaciones de cobalto. La corrosión uniforme en soluciones salinas es extremadamente limitada, la resistencia a la corrosión al picado, la intergranular y la de rendija son excelentes.

Además, las superficies de óxido de titanio y sus aleaciones, son bien toleradas en contacto con el hueso, volviéndose óseo integradas con poca evidencia de la formación de una capa fibrosa entre el hueso y el implante.

Propiedades de las aleaciones de Ti:

Aleación	Tensión de ruptura (MPa)	Límite elástico (Mpa)	Elongación (%)
Ti – Grado 1-4	240 – 550	170 – 485	24 – 15
Ti – 6Al – 4V	860	795	10

Tabla 1. Propiedades de Aleación de Titanio

La forma más común de titanio utilizado en aplicaciones ortopédicas es la aleación de titanio-aluminio-vanadio (ASTM F136). Los elementos primarios de la aleación son el aluminio y el vanadio que están limitados a 5,5-6,5 % en peso y 3,5-4,5 % en peso, respectivamente, de modo que la aleación es frecuentemente llamada Ti-6Al-4V o simplemente Ti-6-4.

La aleación es usada en implantes ortopédicos en su forma intersticial extra baja, en la cual la concentración de oxígeno es mantenida muy baja para evitar su fragilización y maximizar su resistencia y ductilidad.

La aleación puede ser mecánicamente trabajada para alterar sus propiedades. Típicamente, la microestructura es una fase alfa de grano fino con la fase beta presente como partículas aisladas que precipitan en los bordes de grano.

Esta microestructura posee excelente resistencia a la fatiga comparadas con las otras formas de las aleaciones de titanio. Las propiedades mecánicas de Ti-6Al-4V son las más adecuadas para la mayor parte de las aplicaciones ortopédicas. El módulo elástico de la aleación es aproximadamente la mitad de la de los aceros inoxidables y de las aleaciones de cobalto, haciendo de esta aleación un candidato ideal para reducir la rigidez estructural de un dispositivo sin cambiar su forma.

Esta consideración mecánica ha conducido al uso de la aleación de titanio en dispositivos de fijación de fracturas y fijación espinal, incluyendo placas, uñas y tornillos. La misma consideración ha llevado al uso de aleaciones de titanio en mallas para los reemplazos articulares totales.

Una desventaja de la aleación de titanio es su sensibilidad a las muescas. Una concentración de tensión producida por ralladura o por el uso de pinzas reduce la vida útil del componente causado por fatiga.

Otra desventaja del titanio es su baja dureza en comparación con las aleaciones de cobalto. La dureza involucra un término ambiguo, referido a un número de propiedades mecánicas pero frecuentemente asociado a la resistencia elástica y a las deformaciones plásticas.

La aleación de titanio es aproximadamente 15% más blanda que la aleación de cobalto. La reducida dureza del titanio debe considerarse en las aplicaciones articulares debido a su resistencia al desgaste.

Las observaciones clínicas han demostrado un significativo rayado y desgaste de las cabezas femorales de cadera total hechas con aleación de titanio. Las mediciones de los niveles de titanio y aluminio de los tejidos y fluidos tomados de articulaciones de cadera, han confirmado el desprendimiento de cantidades significativas de estos elementos desde las cabezas femorales. Estas observaciones sugieren que las aleaciones de titanio que no han sido sujetas a procesos superficiales adicionales, (implantación iónica) no deberían ser usadas en superficies articulares ^[6].

3.2.1 ALEACIÓN Ti6Al4V

La aleación Ti6Al4V es la más usada en medicina para implantes humanos según la composición de la norma ASTM F136, debido a sus excelentes propiedades físicas y mecánicas, y su resistencia a la corrosión; así como su comportamiento a altas temperaturas y la capacidad de modificar sus propiedades mediante tratamientos superficiales. ^[11,12] El contenido de oxígeno en esta aleación de titanio, afecta severamente la ductilidad y tenacidad; de tal manera que a mayor concentración de éste, el material es más tenaz y más duro. Su microestructura pertenece a la aleación de titanio α/β , la cual contiene uno o más elementos solubles en fase α y otros solubles en fase β hasta el punto que proporcione del 4 al 6% del total ^[13]. Estos elementos estabilizadores son los responsables de que la aleación retenga fase β tras un enfriamiento rápido desde la zona β o $\alpha+\beta$, dependiendo de la cantidad de fase retenida, de la proporción de elementos β -estabilizantes presentes y del tratamiento térmico empleado ^[14,15].

La aleación Ti6Al4V tiene gran afinidad con el oxígeno por lo cual forma una capa de óxido del orden de nanómetros sobre el material, lo que le proporciona la resistencia a la corrosión, debido a que incrementa su potencial galvánico convirtiendo la aleación en un elemento catódico en relación a la mayoría de los metales. Sin embargo, a diferencia de la mayoría de las aleaciones de titanio, la aleación Ti6Al4V posee menos contenido de oxígeno (máximo 0.13%) con lo cual

se mejora su ductilidad y la resistencia a la fractura. Se cataloga como un material bioinerte y no induce reacciones alérgicas en el cuerpo humano. Con respecto a sus elementos aleantes, el aluminio influye sobre la temperatura de transformación entre fases alfa y beta produciendo un aumento en ésta; y el vanadio produce una disminución de dicha temperatura ^[16]. Estudios in vitro han demostrado que el vanadio presente en la aleación Ti6Al4V es tóxico, alterando su estabilidad y su viabilidad como biomaterial.

3.2.2 Óxidos de titanio ^[17]

- Monóxido de titanio (TiO): El monóxido de titanio corresponde a todas las formas TiO_x con $0.7 < x < 1.3$. Esta especie presenta varias formas alotrópicas, la fase γ , que es la de mayor interés para fines prácticos, presenta una densidad de 4.9 g/cm³ a 900°C, su temperatura de fusión y vaporización es respectivamente 1737°C y 3660°C, algo mayores que las del titanio. Su color es dorado y su naturaleza eléctrica es conductora, ya que tiene una resistividad eléctrica de 1.7 - 4.0 $\mu\Omega$.

- Sesquióxido de titanio (Ti₂O₃): Presenta dos formas alotrópicas, hexagonal compacta (fase α) y otra romboédrica (fase β). La fase α presenta un color púrpura, densidad de 4.49g/cm³ y temperatura de fusión de 2127°C, a temperatura ambiente presenta un carácter semiconductor. La fase β tiene una densidad de 4.6 g/cm³ y su temperatura de fusión de 1900°C. Ésta, al igual que la fase α , también presenta un color púrpura.

- Dióxido de titanio (TiO₂): Es un óxido alotrópico que se encuentra de forma natural en tres fases cristalinas: la brookita (romboédrica), la anatasa y el rutilo (tetragonales). La brookita y la anatasa son fases metaestables, mientras el rutilo es un material termodinámicamente muy estable ^[18]. Estas fases presentan elevada resistividad eléctrica, dureza estimada en el rango 5 - 6.5 en la escala de Mohs, son transparentes en el espectro visible y con los mayores valores de índice

de refracción de los óxidos conocidos. Se conoce que, entre los 750°C y los 1000°C, la anatasa sufre una transición de fase irreversible a rutilo.

3.2.3 El titanio y la corrosión en aplicaciones biomédicas

El titanio existe en varios estados de oxidación debido a su elevada reactividad con el oxígeno, hasta el punto de poder formar óxidos al ser expuesto a casi cualquier especie que contenga oxígeno, incluso, en condiciones de alto vacío ^[15]. Además, hay que destacar la gran solubilidad que presenta el oxígeno en titanio, como consecuencia puede dar lugar a la formación de óxidos con una relación Ti/O. Estas propiedades tan específicas del titanio dan lugar a una gran cantidad de especies de óxidos de titanio sobre la superficie del Ti (Ti₃O, Ti₂O, Ti₃O₂, TiO, Ti₂O₃, TiO₂) ^[19].

3.3 ANODIZADO ELECTROLÍTICO

Por lo general, la formación de una capa de óxido metálico sobre la superficie del material lo protege de la corrosión producida por los agentes atmosféricos debido a que evita que estén en contacto ^[20,21]. Después del proceso de decapado, el material entra en acción con el medio y forma con el oxígeno que éste contiene, una delgada película de óxido (MO) con un espesor del orden de nanómetros, la cual tiene algunas mínimas propiedades protectoras. Este proceso se conoce como pasivación natural.

La capa de óxido se puede formar y hacer más gruesa mediante tratamientos químicos y electroquímicos ^[20]. Diagramas de Pourbaix basados en datos termodinámicos, así como los ensayos potenciodinámicos, es decir la evaluación con base en la termodinámica y la cinética, demuestran que la capa protectora es químicamente resistente en el medio fisiológico y se puede reemplazar espontáneamente, aunque se puede desprender como consecuencia de la acción mecánica ^[21]. De hecho, el rango de pasividad electroquímica es mucho más

amplio que la región de potenciales a la cual se puede ver sometida en el medio fisiológico. También cubre un rango de estabilidad amplio de diferentes pH's excepto en casos especiales donde se producen condiciones reductoras severas por la acción de un medio altamente acidificado o fuertemente carente de oxígeno.

El proceso de anodizado electrolítico consiste en obtener de manera artificial dichas películas de óxido desde la superficie hasta el interior del material produciendo una capa de mayor espesor y uniformidad, de ésta forma se obtienen mejores características protectoras que las capas obtenidas naturalmente [22].

Las películas de óxido formadas electrolíticamente se caracterizan por su excelente resistencia a los agentes químicos, dureza, baja conductividad y una estructura molecular porosa que le confiere una adecuada morfología. Un gran número de metales presentan lo que se conoce como “transición activo-pasivo”, cuando son polarizados a potenciales electropositivos [7]. En esta zona se ha creado una fina capa de óxido que protege el material implicando un descenso en la densidad de corriente de corrosión, es decir, que disminuye la velocidad de corrosión. Si se aumenta el potencial del material hasta la zona transpasiva puede causar la rotura de la capa pasiva y conduce a la formación de picaduras en el metal.

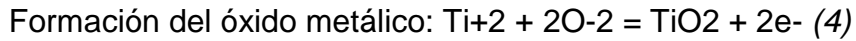
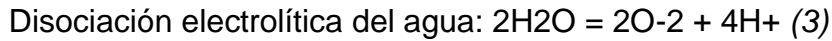
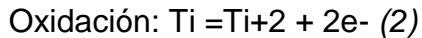
La formación de la capa de óxido puede ser dividida en tres etapas:

- Cuando el metal es sumergido en una solución acuosa se produce la donación de electrones al medio.
- El catión del metal se disuelve en solución.
- Los cationes liberados reaccionan con el electrolito para formar el componente que se deposita en la superficie del metal, en este caso, el óxido de titanio.

La ecuación general para la oxidación de un metal es la siguiente:



En el proceso de anodizado de la aleación de titanio, se presentan las siguientes reacciones:



La corriente de anodización es suministrada por un potencióstato. El tipo de celda usada depende del metal a anodizar pero consiste básicamente en dos electrodos y un electrolito conductor. Los dos electrodos son: el de trabajo cuyo potencial es controlado por el potencióstato, el auxiliar el cual cierra el circuito. La diferencia de potencial aplicado entre ánodo y cátodo determina el espesor de la capa formada en la superficie del metal. Potenciales más altos implican una intensidad más alta y la capa formada tendrá mayor espesor, mostrando una superficie coloreada. Dependiendo del potencial aplicado las muestras del metal base tendrán diferentes colores superficiales.

Variables del proceso de anodizado ^[22]

Las variables que actúan en el proceso de anodizado determinan las propiedades obtenidas en la capa, por tal razón es indispensable conocer su influencia en los resultados finales del proceso. Algunas de las variables de mayor relevancia son:

- Voltaje: La densidad de corriente anódica se incrementa con el voltaje aplicado, presentando un aumento inicial, pero que desciende con el tiempo hasta alcanzar valores constantes.
- Concentración del electrolito: El incremento de la concentración del electrolito proporciona un aumento en la conductividad del mismo y por lo tanto es mayor la movilidad de los iones. De ésta manera se puede decir que a mayor concentración del electrolito se tiene una mayor velocidad de corrosión o crecimiento de capa

anódica. Sin embargo hay que tener cuidado con las excesivas concentraciones, pues no permitirían el control requerido afectando la homogeneidad de la capa.

- Temperatura: Al igual que la concentración, la temperatura del electrolito proporciona una mayor movilidad de los iones aumentando igualmente la velocidad de crecimiento de capa. Sin embargo a temperaturas por encima de los 50°C se obtiene una capa irregular y discontinua.

- Tiempo: Al aumentar el tiempo de exposición en el electrolito se obtiene un espesor de capa mayor.

- Agitación del electrolito: Con frecuencia la formación de la película de óxido no es uniforme; la capa exterior se puede contaminar con aniones del electrolito y/o contener hidrógeno lo cual influye en las propiedades ópticas de la capa. La agitación del electrolito hace que éste se distribuya uniformemente sobre toda la superficie a anodizar, obteniéndose no solo buenos resultados sino una disminución de costos debido a que la formación de la capa es más rápida lo que a su vez reduce la concentración del electrolito, la corriente y voltaje aplicados y el tiempo en el proceso.

3.4 MEDIOS EN LOS QUE SE ENCUENTRAN LOS IMPLANTES

Las condiciones en las que tienen que actuar los implantes quirúrgicos dentro del cuerpo humano, son muy severas, ya que se trata de un medio con predisposición a producir corrosión en los metales de estos dispositivos.

La norma ASTM (G 15) define la corrosión como el deterioro de un material y de sus propiedades, provocado por reacción química o electroquímica entre dicho material y su entorno.

En condiciones normales, los fluidos extracelulares del cuerpo humano, que constituyen el medio agresivo, se pueden considerar como una disolución acuosa de oxígeno y diversas sales tales como NaCl, MgCl₂, KCl, glucosa, etc.

Se trata, por tanto, de un medio electrolítico que contiene iones cloruro y conduce electrones, lo que facilita que puedan producirse fenómenos electroquímicos de corrosión.

El pH normal de los líquidos corporales es casi neutro y está comprendido entre pH 7.2 a 7.4. Este valor baja a pH 5.2 (ácido) en los lugares donde se produce una herida; y en hematoma puede llegar a pH 4. En cambio en casos de infección el pH sube a valores alcalinos. En los lugares donde se produce corrosión, el medio se vuelve ácido por medio de los productos corrosivos, favoreciendo aún más dicho proceso. Los aceros de cromo, los aceros inoxidable de baja calidad no son suficientemente resistentes a la corrosión^[4].

3.5 DISEÑO DE IMPLANTES

Todas las restricciones fisiológicas hacen que el diseño del implante ideal no sea posible; optándose por un diseño que comprometa algunos de los factores.

Por otra parte, la compatibilidad biológica y la duración del implante son uno de los requisitos básicos. El implante no puede diseñarse con márgenes de seguridad altos para todas las condiciones de carga pues el volumen y la rigidez excederían los límites biológicos. Un implante diseñado para una resistencia mecánica y fatiga altas podría ser demasiado rígido y podría apantallar el hueso de las tensiones de carga fisiológica. Si la elasticidad de las placas y tornillos no está en relación adecuada uno a otro o al hueso, los tornillos pueden expulsarse fuera del hueso o pueden romperse. Si por el contrario, la placa es muy flexible la unión ósea puede

fallar. Si las áreas cubiertas por las placas son muy grandes el suministro sanguíneo puede ser deficiente.

Los implantes son usualmente diseñados para mantener su forma a menos que ocurra un accidente. Como se ha discutido previamente la resistencia a la fatiga no es ilimitada. Se han desarrollado técnicas quirúrgicas adecuadas para alcanzar fijaciones estables^[3].

4. ESTADO DEL ARTE

En 2004 J. Valentí, J. Guasch, P. Sevilla, F. J. Gil, realizaron estudios de anodizados en aleaciones de Ti6Al4V ELI, mediante un proceso electrolítico con disoluciones acuosas de sulfatos amónico y magnésico, ortofosfato sódico y ácido sulfúrico. Se obtuvieron los diferentes colores de interferencia propios de los diferentes espesores de las capas de óxido formado, donde se evaluó la resistencia a la corrosión y la disminución de la liberación de iones metálicos debido a la capa de anodizado.^[6]

En 2005 W. Chrzanowskia, J. Szewczenko, J. Tyrlik-Held, J. Marciniak, J. Zakb, hicieron un estudio sobre la resistencia a la corrosión de la aleación de Ti6Al4V ELI después del electropulido y la oxidación anódica. Como resultado se obtuvo un crecimiento significativo de la resistencia a la corrosión además se demostró actividad química bajo la capa pasiva y mediante la prueba de AFM se pudo demostrar que la capa era uniforme, el componente principal de la capa pasiva que tiene mayor resistencia a la corrosión fue el TiO₂.^[7]

En 2006 Ho-Jun Song, Min-Kang Kim, Gyoung-Chun Jung, Mong-Sook Vang, Yeong-Joon Park, evaluaron las superficies características de las películas

óxidos de Titanio comercialmente puro (CP-Ti, Grado 2 y Grado 3) y aleaciones de Titanio (Ti6Al4V y Ti6Al7Nb) muestras formadas por un tratamiento de oxidación anódica, los efectos de los anodizados fueron investigados sobre las características de la corrosión FE-SEM, XRD y la espectroscopia Raman usado para evaluar la micromorfología y la estructura cristalina de las películas de óxido. La resistencia a la corrosión se evaluó utilizando potencial de circuito abierto y polarización cíclica. ^[8]

En 2007 Kakoli Das, Susmita Bose, Amit Bandyopadhyay, realizaron estudios de la interacción de materiales en células in vitro usando células de osteoblastos humanos en titanio anodizado, se hizo crecer una capa de TiO₂ bioactiva sobre un sustrato de titanio mediante un proceso de anodizado utilizando diferentes soluciones electrolíticas de H₃PO₄, H₂SO₄ y HF. La mayor adherencia y colonización de las células se dio sobre la superficie anodizada por HF, se observó buena adherencia celular con el electrolito H₃PO₄, en la capa de TiO₂ formada por el electrolito de H₂SO₄ no muestra un crecimiento celular significativo y en algunas células también se observó la muerte. ^[9]

5. METODOLOGÍA

Para el desarrollo de este trabajo fue necesario establecer los procedimientos teóricos y prácticos, que guían el proceso con miras al cumplimiento de los objetivos planteados.

La metodología del proceso en planta que se desarrolló durante la ejecución del proyecto fue la siguiente:

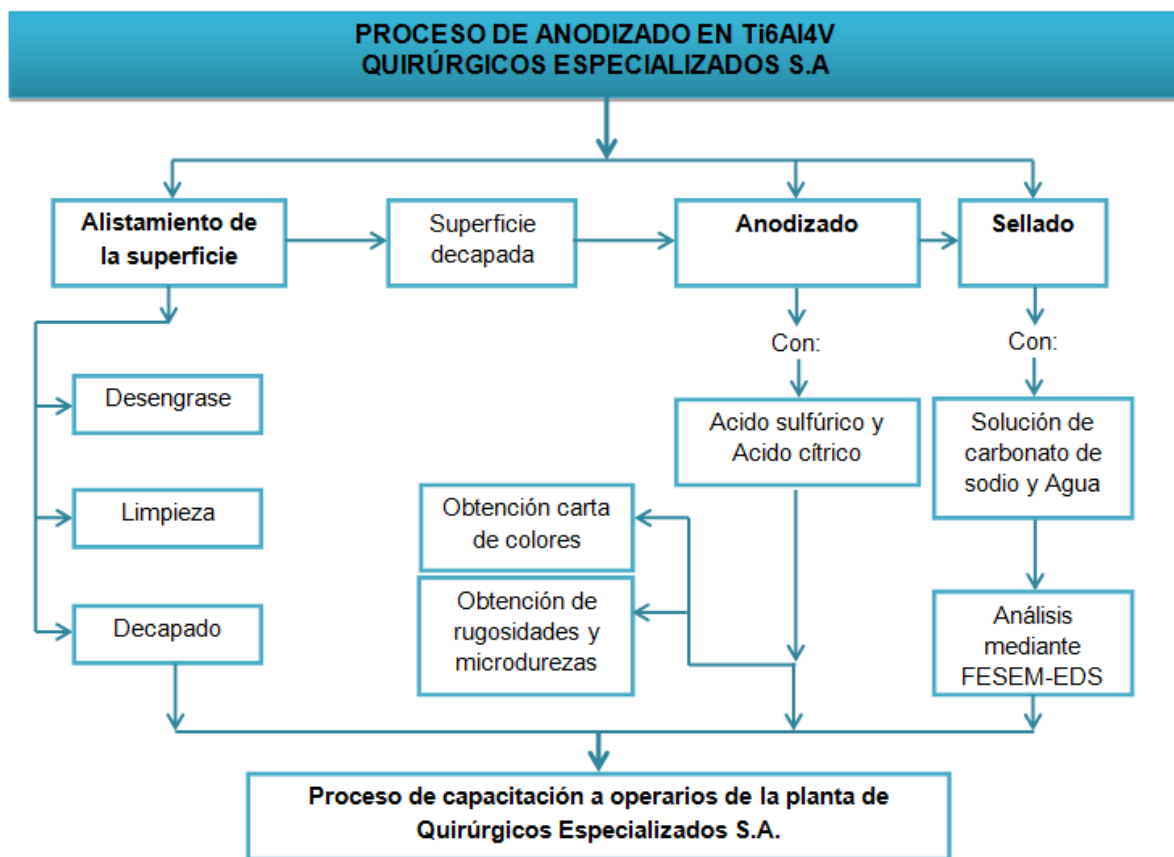


Figura 1. Metodología Fuente: Autor

A continuación se describe la metodología que se llevó a cabo en todo el desarrollo del proyecto.

5.1 ACTIVIDAD 1: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Se recopiló toda la información acerca de las diferentes investigaciones realizadas en el Grupo de investigaciones en Corrosión – UIS con el material proporcionado por la empresa Quirúrgicos S.A. sobre anodizado en Ti6Al4V. Luego se procedió a realizar una revisión bibliográfica mediante las distintas fuentes bibliográficas como internet, artículos científicos, tesis de grado, bases de datos de biblioteca UIS, y revistas para extraer información relacionada con los procesos tratados. Esta actividad se llevó a cabo durante toda la ejecución del proyecto.

5.2 ACTIVIDAD 2: PUESTA A PUNTO DE LOS EQUIPOS Y ENSAYOS PRELIMINARES

En primera instancia se llevó a cabo la caracterización química mediante Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X, con un espectrómetro FRX Shimadzu del Centro de Desarrollo Productivo de Joyería y una caracterización metalográfica del material Ti6Al4V disponible en la planta de Quirúrgicos Especializados S.A.

Los tornillos que fabrica la empresa Quirúrgicos Especializados S.A de Ti6Al4V son autoroscantes, de tipo cortical, esponjoso, esponjoso canulado, cónicos y espinales (transpediculares, monoaxial, poliaxial).

Los tornillos sujetos a anodización fueron de tipo espinal, mostrado en la figura



Figura 2. Tornillo espinal transpedicular

En esta etapa de ensayos preliminares se llevó a condiciones adecuadas de trabajo los equipos que se emplearon para ejecutar las pruebas y se preparó las diferentes concentraciones del electrolito de acuerdo al diseño experimental (ver

siguiente actividad). Se realizaron ensayos preliminares para poner a punto los equipos y ensayos a realizar.

Estas pruebas se realizaron con el fin de establecer el tiempo de ensayos, prever las fallas de los equipos o de manejo que puedan alterar los resultados.

5.3 ACTIVIDAD 3: DISEÑO EXPERIMENTAL

Se estableció el diseño experimental adecuado que cumpla con los objetivos expuestos anteriormente, y para la puesta a punto de la celda electroquímica. Las variables de trabajo se tomaron a partir de la revisión bibliográfica, incluyendo los estudios realizados en el Grupo de Investigaciones en Corrosión. Con la ayuda de un diseño estadístico de experimentos se obtuvo las variables estadísticamente significativas al proceso de anodizado llevado a cabo en laboratorio.

Inicialmente se ajustó la variable concentración de ácido sulfúrico (H_2SO_4). En pruebas preliminares se usaron concentraciones de 0.1M a 1M (0.1-0.25-0.5-1 M). Las mejores concentraciones de ácido sulfúrico encontradas mediante pruebas preliminares fue de 0.25M y 0.5M. Se decidió trabajar las concentraciones menor y alta de 0.25M y 1M respectivamente y la del punto al centro de 0.5M. Así mismo en las pruebas preliminares se determinó que el anodizado debía realizarse mediante una superficie decapada para eliminar cualquier residuo producto del mecanizado y óxidos creados naturalmente en la superficie de la aleación de titanio.

Definición de variables

De acuerdo a la revisión bibliográfica se determinaron las variables que más influyen en el proceso de anodizado. Dentro de las posibles variables a considerar en el proceso de anodizado se encuentran (tiempo, voltaje, agitación, densidad de corriente, temperatura, concentración de la solución).

Para evaluar la influencia de cada una de las variables independientes se empleó un diseño de experimentos factorial 2^3 con un punto al centro y repetido, en donde se evaluaron las variables en un diseño de 18 experimentos, allí se pudo evaluar el efecto por separado de cada variable y además la sinergia que presentan las mismas.

Como variable principal cuantitativa de respuesta se usó la corriente seguida por la variable cualitativa el color. Adicionalmente se evaluó la microdureza y la rugosidad de las superficies. Se usaron voltajes de 10 a 30V para estandarizar la concentración de la solución y el tiempo. Una vez obtenidas las últimas dos variables mencionadas, se procedió a realizar la carta de colores.

El diseño experimental se muestra a continuación (ver tablas 2 y 3):

Variables independientes	Nivel bajo	Punto al centro	Nivel Alto
Voltaje (V)	10	20	30
B. Tiempo (min)	2	3	5
Concentración de la solución	0,25 M	0,5M	1 M

Tabla 2. Variables y sus niveles en el proceso de anodizado

EXPERIMENTO	VOLTAJE	TIEMPO	CONCENTRACIÓN DE ELECTROLITO
1	-1	-1	-1
2	1	-1	-1
3	-1	1	-1
4	1	1	-1
5	-1	-1	1
6	1	-1	1

7	-1	1	1
8	1	1	1
9	0	0	0
10	-1	-1	-1
11	1	-1	-1
12	-1	1	-1
13	1	1	-1
14	-1	-1	1
15	1	-1	1
16	-1	1	1
17	1	1	1
18	0	0	0

Tabla 3. Diseño experimental 2ⁿ

5.4 ACTIVIDAD 4: REALIZACIÓN DE PRUEBAS EXPERIMENTALES

Los ensayos experimentales se llevaron a cabo de manera aleatoria de acuerdo con el diseño experimental. Se realizaron tomas de datos de rugosidad en un rugosímetro de contacto con una punta palpadora sensible y nivel de altura Hommel Tester T500, mostrado en la figura 3. Adicionalmente se hicieron tomas de microdurezas en la empresa Dana Transejes Girón sobre probetas de 12 mm de diámetro por 2 mm de espesor dispuestas específicamente para esta prueba, ya que sobre áreas con superficies no homogéneas no es posible hacer mediciones de microdurezas. Las tomas de rugosidades se llevaron a cabo en las cabezas de los tornillos y se hicieron por triplicado. Los datos de rugosidad son el promedio de los tres puntos tomados.



Figura 3. Equipo para medidas de rugosidad Hommel Tester T500

No fue posible llevar a cabo mediciones de colorimetría, ya que esta prueba necesita áreas superficiales homogéneas de unas dimensiones considerables y para la empresa no era factible fabricar probetas y anodizarlas para esta prueba.

Para la parte final del anodizado, fue necesario sellar el anodizado. Este proceso se hizo mediante solución de carbonato de sodio y agua a una temperatura de 90°C. Estas variables se encontraron mediante bibliografía ^[8] y ensayos experimentales.

5.5 ACTIVIDAD 5: ANÁLISIS DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES:

Se llevó a cabo un diseño y análisis de resultados, obtenidos durante las pruebas. Se obtuvo la carta de colores para los anodizados de Ti6Al4V.

Adicionalmente se realizó el proceso de capacitación de los operarios de la planta Quirúrgicos Especializados S.A para que el proceso se empezara a realizar por los empleados.

Se llevó a cabo un análisis de la morfología y la composición de los óxidos mediante FESEM y EDS. Se pudo cuantificar la composición del óxido formado en la superficie del dispositivo de aleación de titanio y también se pudo hacer mediciones de los espesores de los óxidos formados sobre tornillos canulados.

5.6 ACTIVIDAD 6: ELABORACIÓN INFORME FINAL Y PROTOCOLO DE PRODUCCIÓN DEL ANODIZADO.

En esta etapa se elaboró el documento final del proyecto, gráficos, discusión de resultados y anexos. Adicionalmente se elaboró un protocolo del proceso de anodizado para la Empresa Quirúrgicos Especializados S.A. Este protocolo se introducirá dentro de los documentos de calidad de la empresa, ya que están próximos a la certificación ISO 13485, calidad para dispositivos médicos.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Los resultados mostrados a continuación se obtuvieron en la planta de Quirúrgicos Especializados S.A.

6.1 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

6.1.1 Caracterización química de la aleación Ti6Al4V

En la siguiente figura se muestra el espectro característico de la aleación Ti6Al4V, en donde podemos visualizar los elementos encontrados en la aleación. En la tabla 4 se muestra la cantidad de cada elemento en porcentaje peso/peso en la aleación de Ti6Al4V.

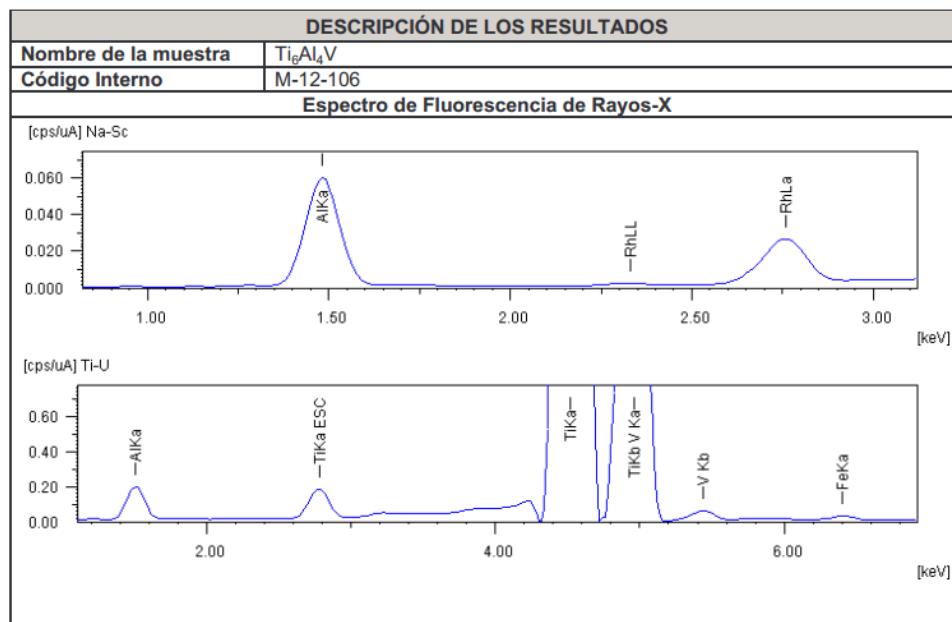


Figura 4. Espectro FRX aleación de Ti6Al4V Fuente: Autor y Javier Sánchez¹

¹ Estudiante que llevó a cabo el proyecto Diseño de un sistema de control de calidad para el proceso de fabricación de dispositivos de osteosíntesis de la empresa Quirúrgicos Especializados S.A. Proyecto llevado a cabo en forma simultánea a este proyecto.

Analito	Resultado [%]	Des. Estándar
Titanio (Ti)	91.1	0.1
Aluminio (Al)	5.88	0.06
Vanadio (V)	2.94	0.04
Hierro (Fe)	0.098	0.007

Tabla 4. Composición de la aleación Ti6Al4V Fuente: Autor y Javier Sánchez

Se encuentra que los elementos principales de la aleación Ti6Al4V se encuentran dentro de los rangos establecidos para la composición química según la norma ASTM F136 para Ti6Al4V ELI. El elemento vanadio se encuentra un poco por debajo del mínimo establecido entre 3.5 y 4.5 % en peso.

6.1.2 Caracterización metalográfica de la aleación Ti6Al4V

En la figura 5 se observa la micrografía hecha a 1000X de la aleación Ti6Al4V. Esta micrografía se suministró mediante el proyecto de control de calidad de materia prima y variables del proceso de producción hecho dentro del macroproyecto Estrategia de gestión en ciencia, tecnología e investigación hacia la consolidación de nuevos productos biomédicos de la empresa Quirúrgicos Especializados S.A, al cual pertenece el presente proyecto.

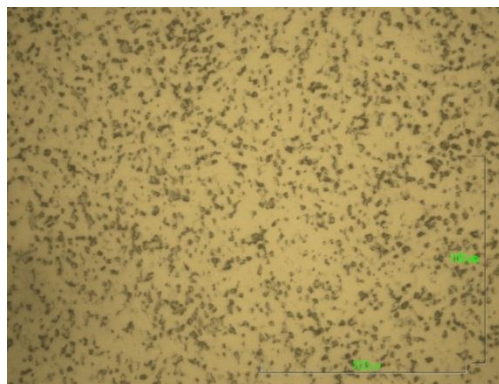


Figura 5. Micrografía a 1000X del Ti6Al4V ELI atacada por inmersión en 1mL de HF en 100 mL de agua durante 3-5 s. Fuente: Javier Sánchez, proyecto “Diseño de un sistema de control de calidad para el proceso de fabricación de dispositivos de osteosíntesis de la empresa Quirúrgicos Especializados S.A”

De acuerdo a la anterior micrografía, se observa las fases características de la aleación Ti6Al4V en una matriz dispersa de las fases alfa (zona oscura) y beta (zona clara). Estas fases se encuentran sin presencia de redes continuas o granos alargados de alfa.

Para llevar a cabo el procedimiento experimental, fue muy importante la apropiación del método de anodizado, ya que la necesidad de la empresa es anodizar inicialmente tornillos de todo tipo de dimensiones y en serie. Para esto fue necesario el diseño de un rack en solid words, un dispositivo en Ti6Al4V que sostiene al tiempo 14 tornillos de cualquier dimensión, ya que el vástago superior es movable y ajustable mediante unos pines de la misma aleación. Este rack fue fabricado en el torno CNC de alta precisión de la empresa. Finalmente las dimensiones del rack se ajustaron tanto a la celda de acero inoxidable como a las diferentes dimensiones de los tornillos de implante (diámetro 6 mm y longitud 50 mm). Esta etapa de diseño y fabricación estuvo apoyada por el diseñador Industrial de la planta y jefe de la planta.

En la figura 6 se muestra el rack con tornillos fijados.

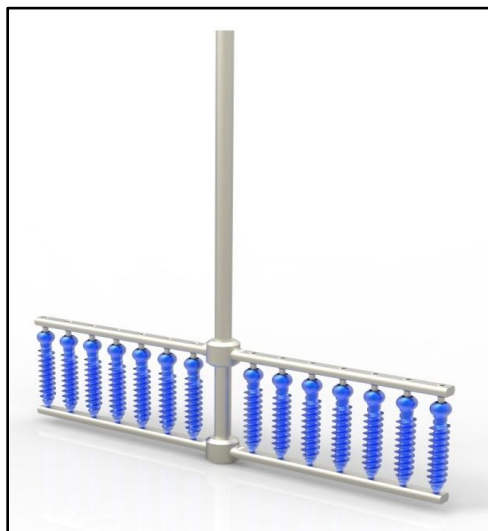


Figura 6. Rack en Ti6Al4V Fuente: Autor

La celda fue de acero inoxidable y funciona como el cátodo. En la figura 7 se muestra el montaje realizado en cada anodizado, adicionalmente se estableció en las pruebas que el voltaje no es necesario modificarlo, pues el potencial aplicado llega a todos los sitios (tornillos) de manera uniforme, obteniéndose el mismo color tanto para 1 tornillo como para 14.

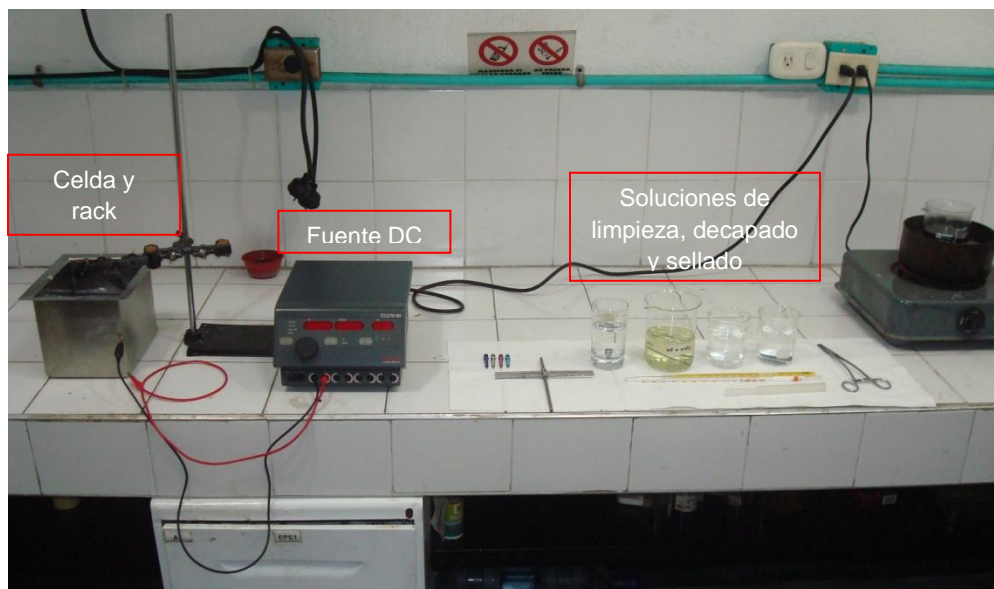


Figura 7. Montaje ensayos de anodizado laboratorio planta de Quirúgicos Fuente: Autor

6.2 ANODIZADO POTENCIOSTÁTICO

Se realizó el diseño experimental factorial de la tabla 3. Se encontró que la mejor concentración de ácido sulfúrico fue de 2.5M. Sin embargo luego del anodizado, al ser manipulado el tornillo, habían cambios en el color, el color no era estable.

Por medio de ensayos preliminares se encontró que al agregar cierta cantidad de ácido cítrico a la solución inicial de 2.5 M, el color se mantenía a la manipulación, al tiempo y a las condiciones de almacenaje de la planta de la empresa. Se decidió entonces agregar 2.5M de ácido cítrico a la solución equivalente a 120,5 gramos de este reactivo comercial.

6.2.1 Toma de microdurezas

Se llevó a cabo anodizado a condiciones de 2 minutos y 50V en discos de Ti6Al4V de 14 mm de diámetro y 2 mm de espesor. En la figura 5, se muestra el montaje del disco en el rack, la muestra anodizada con ácido cítrico 2.5 M y ácido sulfúrico 2.5 M y solo con ácido sulfúrico 2.5 M.

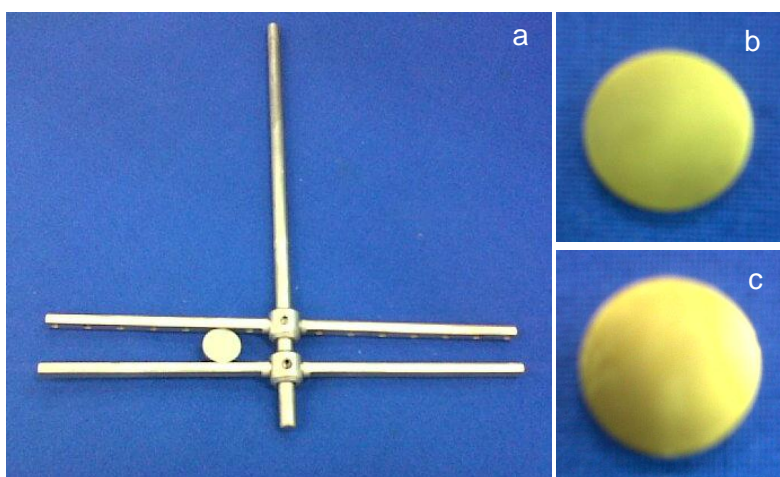
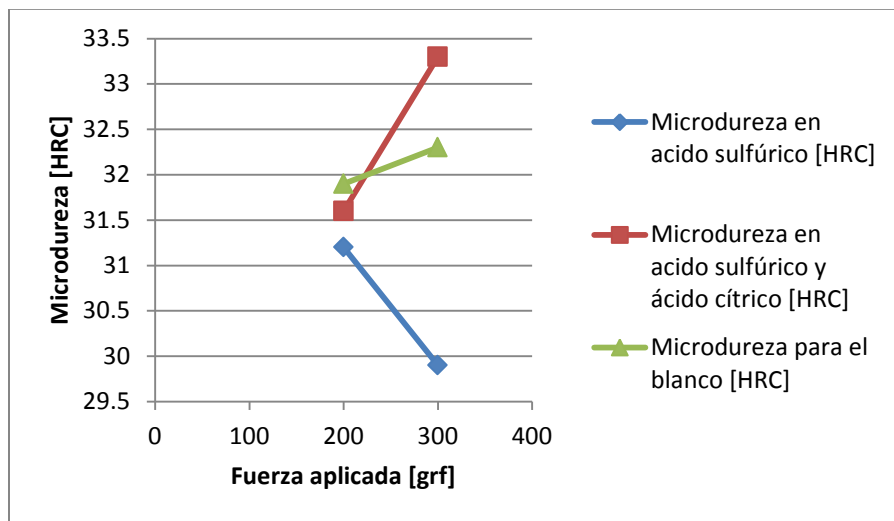


Figura 8. Anodizado en discos para toma de microdurezas. a) Montaje en el rack, b) Anodizado con ácido cítrico 2.5 y ácido sulfúrico 2.5M y c) Ácido sulfúrico 2.5M. Fuente: Autor

Las microdurezas se tomaron por triplicado y a dos fuerzas aplicadas equivalentes a 200 y 300 grf. Los resultados de las microdurezas se muestran en la tabla 5 y la figura 9.

Fuerza aplicada en el ensayo	Microdureza en ácido sulfúrico [HRC]	Microdureza en ácido sulfúrico y ácido cítrico [HRC]	Microdureza para el blanco [HRC]
200 grf	31,2 ±0,15	31,6 ±0,16	31,9 ±0,10
300 grf	29,9 ±0,09	33,3 ±0,12	32,3 ±0,15

Figura 9. Microdurezas en función de la concentración del electrolito



Fuente: Autor

Se observa en la figura 9, que a medida que se aumenta la fuerza en el ensayo de microdurezas, la muestra anodizada con solo ácido sulfúrico disminuye, mientras que la del blanco y la muestra anodizada con ácido cítrico y sulfúrico aumenta. La microdureza del anodizado con ácido cítrico y sulfúrico fue mayor. Se evidencia que el color estable de la capa anodizada depende de la concentración del electrolito, y que el electrolito compuesto por ácido cítrico y sulfúrico es el adecuado para este proceso.

Una vez encontrada la concentración de la solución de anodizado, se llevó a cabo un nuevo diseño experimental no factorial 8X3 para tener en cuenta ocho valores de voltajes (de 10 a 80V) a tres tiempos de 2, 3 y 5 minutos.

Las variables del proceso de anodizado se describen a continuación en la tabla 6 y en la tabla 7 se muestra el diseño experimental llevado a cabo.

VARIABLE FIJA	VARIABLE DEPENDIENTE	VARIABLE INDEPENDIENTE	VARIABLES DE RESPUESTA
Temperatura Ambiente	Corriente	Tiempo	Cualitativa: Color
Agitación = 0		Voltaje aplicado	Cuantitativas: Rugosidad, Microdureza
Volumen del baño = 2.5 L			
Acabado superficial = decapado con HF 2% V/V y 5% en V/V HNO ₃			
H ₂ SO ₄ 0.25 M C ₆ H ₈ O ₇ 0.25 M			

Tabla 5. Descripción de las variables usadas en el proceso de anodizado

EXPERIMENTO	VOLTAJE	TIEMPO
1	-1	-1
2	-0,714286	-1
3	-0,428571	-1
4	-0,142857	-1
5	0,142857	-1
6	0,428571	-1
7	0,714286	-1
8	1	-1
9	-1	0
10	-0,714286	0
11	-0,428571	0
12	-0,142857	0
13	0,142857	0
14	0,428571	0
15	0,714286	0
16	1	0
17	-1	1
18	-0,714286	1
19	-0,428571	1
20	-0,142857	1
21	0,142857	1
22	0,428571	1
23	0,714286	1
24	1	1

Tabla 6. Diseño experimental 8X3

6.2.2 Obtención de la carta de colores

Para el alistamiento de la superficie, se pudo establecer que la mejor manera de alistar la superficie del titanio antes del anodizado es una excelente limpieza de la superficie y adicionalmente un decapado de la misma. El material puede inducir el proceso de corrosión en su superficie creando un óxido en la superficie, el cual no es observable a simple vista por el operador. El proceso de decapado consiste en un tratamiento superficial ácido que se usa para eliminar óxidos, manchas, contaminantes inorgánicos etc. El mecanismo de decapado inicia por la generación de vacantes de oxígeno que conducen a varios productos de una serie de pasos químicos, que puede resultar en H_2TiF_6 despegándose hacia afuera por la evolución de los gases producidos^[7].

Se estableció de igual forma que la solución de decapado es reutilizable, tiene una duración de 5 decapados dependiendo del volumen de la solución.

En las siguientes tablas (8 a 10), se presentan los colores obtenidos para la solución encontrada de anodizado a los diferentes tiempos.

TIEMPO = 5 MIN			
VOLTAJE	MIAMPERAJE	COLOR	FOTOS
10	2	OCRE	
20	1	AZUL	
30	2	AZUL CLARO	
40	5	VERDE	
50	20	DORADO	
70	3	ROSADO	
80	5	MORADO	
90	7	AZUL TURQUESA	

Tabla 7. Anodizado a 5 minutos









TIEMPO = 3 MIN			
VOLTAJE	MILIAMPERAJE	COLOR	FOTOS
10	5	OCRE	
20	5	AZUL	
30	5	AZUL CLARO	
40	8	VERDE	
50	11	DORADO	
60	19	ROSADO	
70	17	MORADO	
80	14	AZUL TURQUESA	

Tabla 8. Anodizado a 3 minutos

TIEMPO = 2 MIN			
VOLTAJE	MILIAMPERAJE	COLOR	FOTOS
10	5	OCRE	
20	5	AZUL	
30	5	AZUL CLARO	
40	8	VERDE	
50	11	DORADO	
60	19	ROSADO	
70	17	MORADO	
80	14	AZUL TURQUEZA	

Tabla 9. Anodizado a 2 minutos

A un tiempo de 5 minutos, el color es pardo y con brillo. Uno de los requerimientos de la empresa fue tener como resultado colores con ausencia de brillo. El mejor resultado se encontró para 2 minutos de aplicación de voltaje. Posteriormente se usaron los diferentes voltajes de 10 hasta 80 para obtener la carta de colores. También se pudo establecer que en el anodizado, el área de la pieza no afecta la medida en voltaje ni el resultado en la corriente, como consecuencia del crecimiento de óxido en la superficie del implante.

6.2.3 Análisis de las variables

Se llevó a cabo un análisis de la corriente como resultado de la aplicación de voltajes desde 10 hasta 80 V, obteniendo como resultado que a medida que el voltaje aumenta, y el tiempo aumenta, aumenta el valor de corriente. La variación

de la corriente al aumentar los distintos voltajes aplicados, se incrementa al principio indicando la formación de la capa y disminuye en forma exponencial en un tiempo muy pequeño hasta llegar a un valor estacionario de corriente.

Adicionalmente se presenta un efecto de interacción doble entre las variables voltaje y tiempo, el cual se traduce que para un tiempo de 2 minutos, a medida que aumenta el voltaje, el cambio en la corriente es muy mínimo; mientras que a un tiempo de 5 minutos, a medida que aumenta el voltaje, el cambio de corriente es significativo. Esto se puede evidenciar en la figura 10.

De acuerdo a los mejores resultados presentados en el color, el mejor tiempo fue de 2 minutos, lo anterior significa que los colores más estables se dan cuando el cambio en la corriente es pequeño a medida que se va aumentando el voltaje.

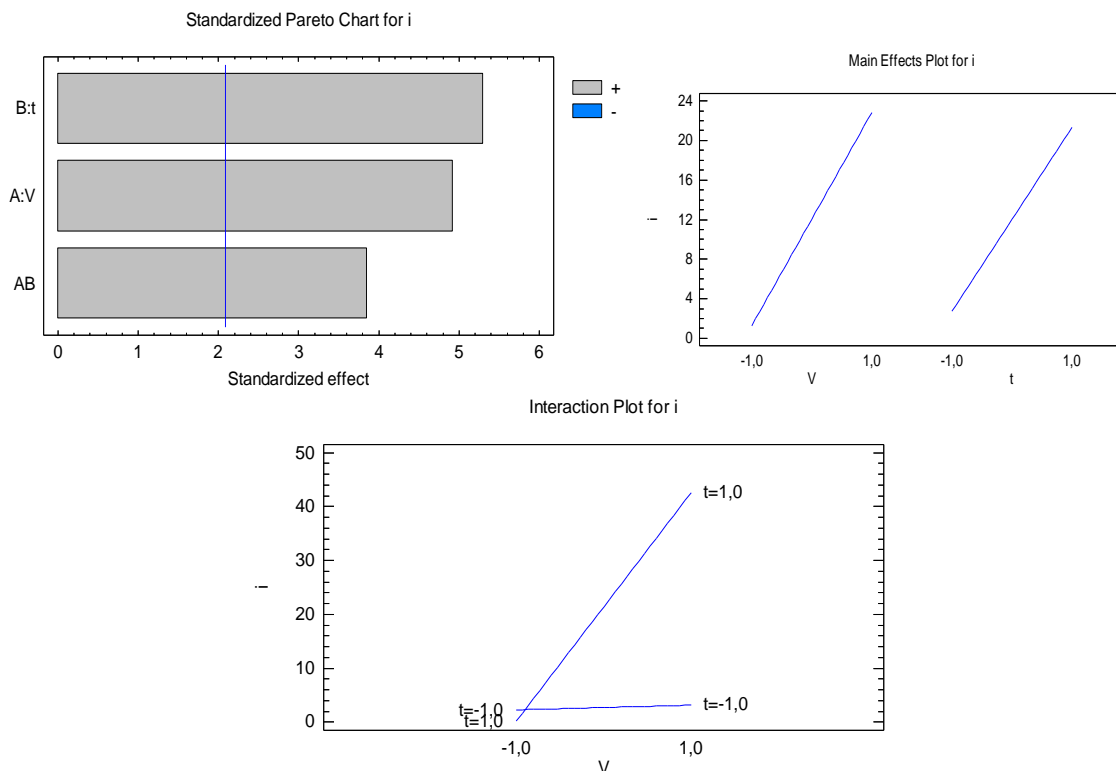


Figura 10. a). Diagrama de Pareto para corriente (mA). b) Diagrama de principales efectos. c) Diagrama de efecto de interacción.

En la tabla 11 se presenta el análisis de varianza en donde se evidencian las

variables significativas a la variable de respuesta corriente.

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
A:V	1197,87	1	1197,87	24,19	0,0001
B:t	1387,56	1	1387,56	28,02	0,0000
AB	735,146	1	735,146	14,85	0,0010
Total error	990,376	20	49,5188		
Total (corr.)	4310,96	23			

Tabla 10. Análisis de varianza para corriente
 $R^2 = 77,0266 \%$

De acuerdo al valor – p observado en la tabla 11, las variables con valores que se encuentran por debajo de 0.005 que es el nivel de significancia, son las variables significativas a la variable de respuesta. Las variables voltaje y tiempo son significativas así como una variable de interacción voltaje-tiempo. El coeficiente de correlación o R^2 es de 77.02% lo que es un buen ajuste de los datos al modelo encontrado.

Cabe anotar que en el proceso de anodizado, existe una formación de capa de óxido que presenta un espesor específico, la presencia de los diferentes colores en la aleación de titanio, se debe a los diferentes espesores de la capa de óxido formada en la superficie de Ti6Al4V. Las capas de óxido fueron homogéneas en su color y no se apreciaron zonas en las cuales hubiera espacios sin presencia de óxidos. El resultado de la formación de la capa de óxido con pequeñas diferencias en el volumen con respecto al sustrato, hacen que estas capas sean tenaces y no se fracturen con facilidad, lo que favorece la resistencia a la corrosión de la aleación de titanio^[8].

El modelo encontrado para el proceso es el siguiente:

$$i = 12,0417 + 10,7917*V + 9,3125*t + 10,3542*V*t$$

Con un 23% de error.

6.2.4 Análisis de rugosidades

Se tomaron las rugosidades a las muestras anodizadas a un tiempo de 2 minutos. Los resultados se muestran en la tabla 12.

COLOR	RUGOSIDAD (μm)			Valor promedio
OCRE	0,20	0,20	0,20	0,20 \pm
AZUL	0,20	0,25	0,28	0,24 \pm
AZUL CLARO	0,30	0,30	0,40	0,33 \pm
VERDE	0,36	0,40	0,30	0,35 \pm
DORADO	0,60	0,50	0,40	0,50 \pm
ROSADO	0,70	0,60	0,50	0,60 \pm
MORADO	0,65	0,70	0,80	0,72 \pm
AZUL TURQUEZA	0,85	0,75	0,90	0,83 \pm

Tabla 11. Rugosidades de las muestras anodizadas a 2 minutos, Fuente: Autor

De acuerdo a los resultados mostrados en la tabla 13, se muestra una tendencia a aumentar la rugosidad de las muestras anodizadas al aumentar la aplicación del voltaje.

6.3 ANÁLISIS DE LA MORFOLOGÍA DE LA SUPERFICIE ANODIZADA

El ensayo FESEM-EDS se llevó a cabo para observar la morfología de los óxidos formados en la superficie del implante y la composición del mismo.

Se llevaron dos muestras a analizar por medio de microscopía electrónica de barrido por medio del microscopio FESEM de la Universidad Industrial de Santander. En las figura 11 se muestra la morfología de la superficie de los óxidos formados mediante ácido sulfúrico y ácido cítrico. Se puede evidenciar una

superficie homogénea que se relaciona con la homogeneidad en el color.

En la figura 12, se muestra el corte transversal de la aleación expuesta a un voltaje de 50 V y un tiempo de 2 minutos. Se evidencia la formación de la capa de óxido adherente, no hay espacios entre el metal base y el óxido, y el óxido es homogéneo en su estructura.

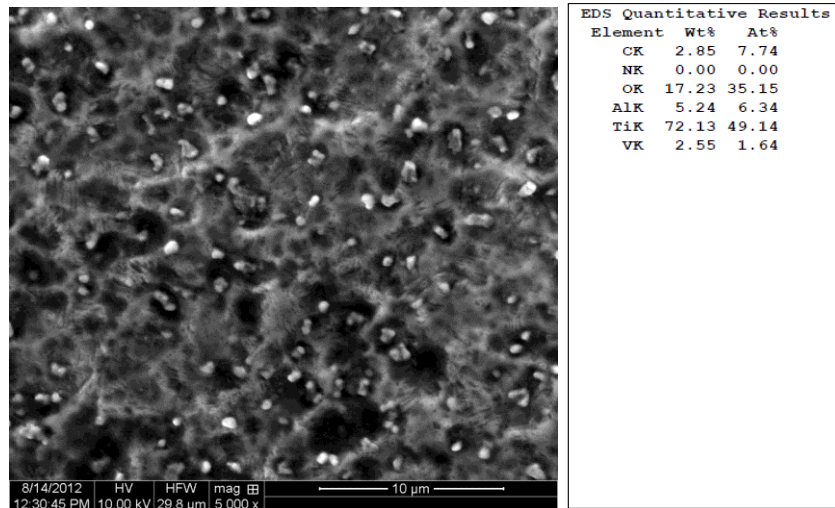


Figura 11. Aspecto superficial de los óxidos formados en la superficie. Muestra de 50V a 2 minutos y cuantificación.

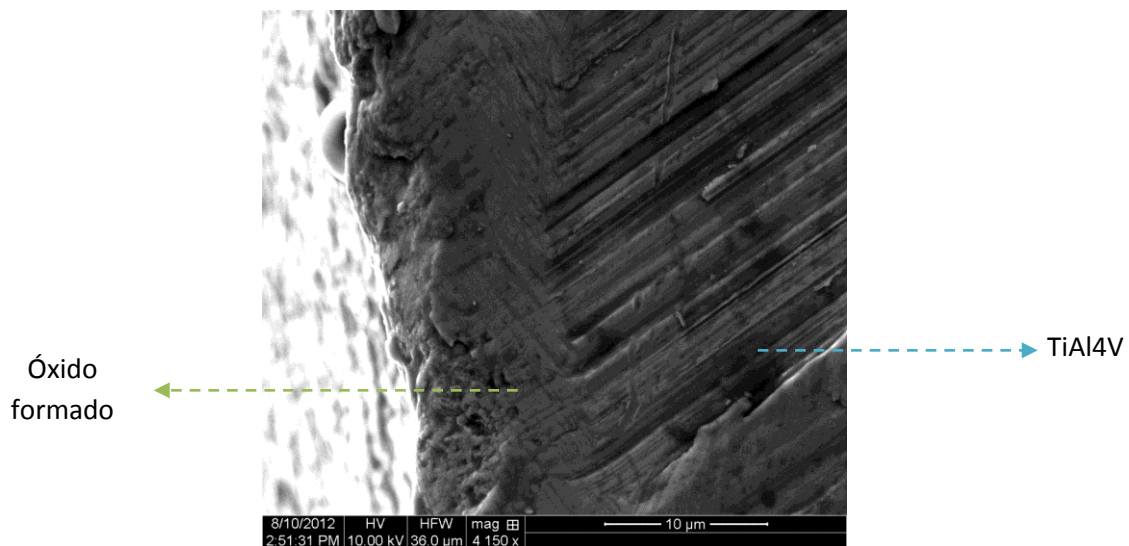


Figura 12. Corte transversal. Muestra de 50V a 2 minutos. Fuente: FEM-EDS UIS

Mediante EDS se cuantifico el óxido formado en la superficie. El resultado es el

que se muestra en la figura 13. Se encuentra que hay formación de TiO_2 y óxido de aluminio en menor proporción. El óxido de titanio le proporciona a la superficie una capa bioactiva con una estructura de nanoporos, que hace de la superficie una superficie adecuada para el crecimiento y la proliferación de células tipo osteoblástico^[9].

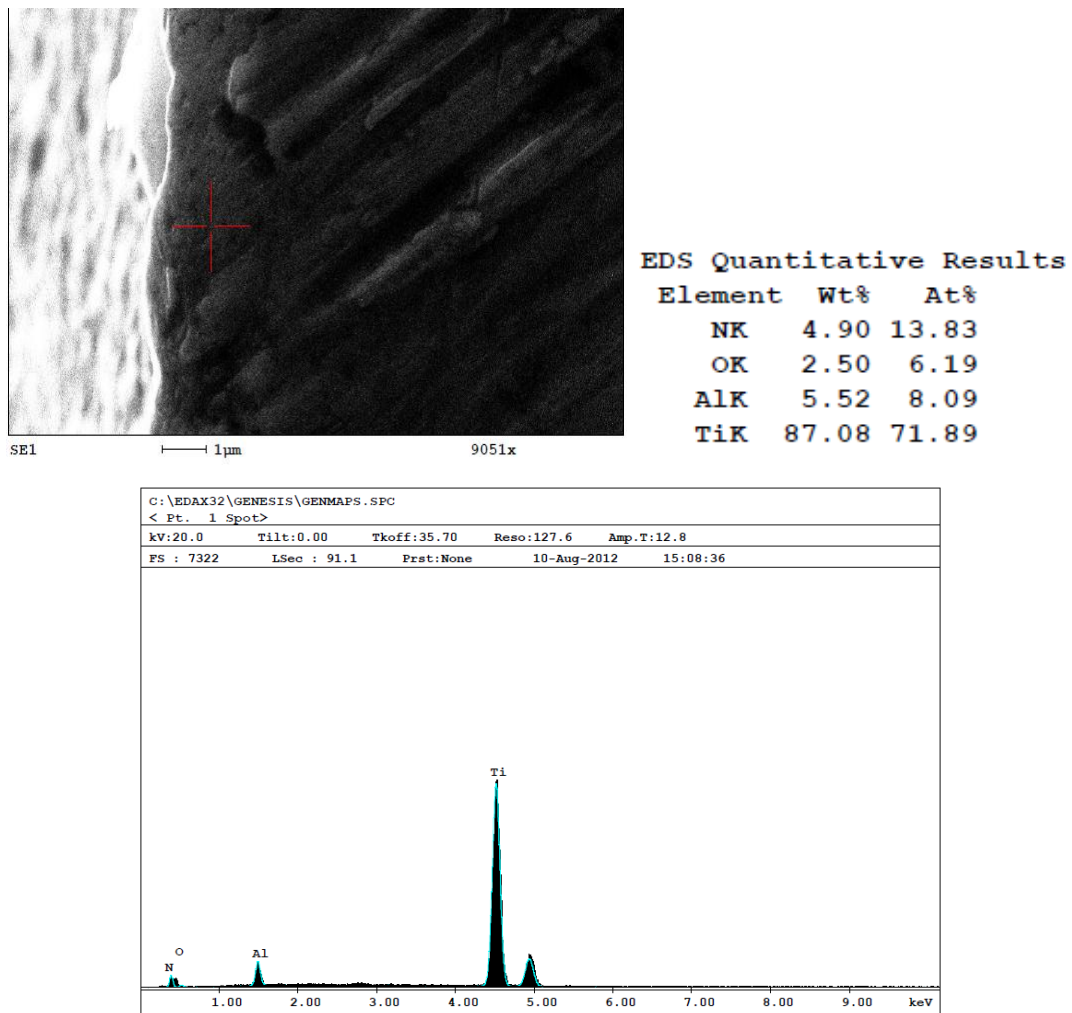
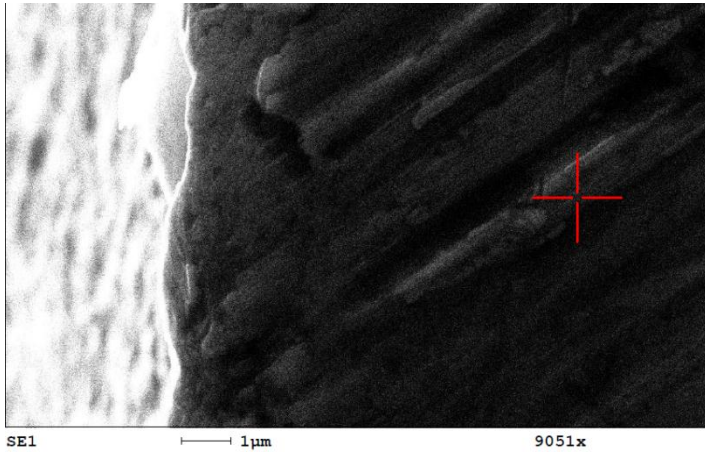


Figura 13. Cuantificación de la capa de óxido formada en la superficie y espectro característico.



EDS Quantitative Results

Element	Wt%	At%
NK	0.78	2.49
AlK	6.65	11.06
TiK	87.97	82.40
VK	4.60	4.05

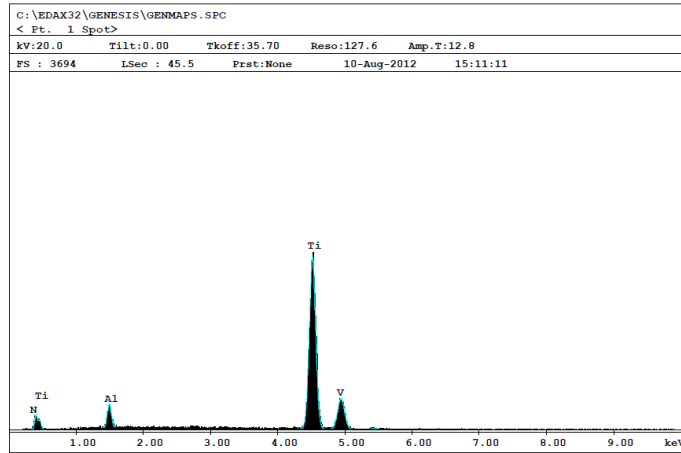


Figura 14. Cuantificación la aleación base y espectro característico.

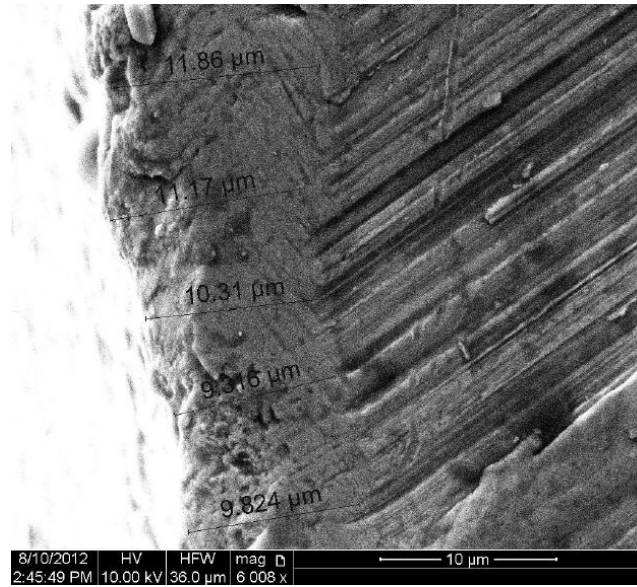


Figura 15. Medida de la capa de óxido

En la figura 15, se muestra la medición de la capa de óxido formada en la superficie de la aleación Ti6Al4V. El promedio de las medidas fue de 10,5 μm , lo cual es un valor más alto que el reportado por otros autores ^[7]. al mismo potencial. La diferencia radica en que se usa solamente ácido sulfúrico y no ácido sulfúrico y ácido cítrico.

El crecimiento de las capas de óxido en la superficie de la aleación de titanio, se dieron a una corriente constante, según como se observó en el análisis de las variables, de acuerdo a esto, las capas de óxido formadas a corriente constante son capas de tipo barrera^[11], las cuales son películas generalmente compactas y con espesores uniformes, de acuerdo a lo anterior, la morfología de los óxidos formados se observan compactos y adherentes a la capa decapada de la aleación de titanio, por esta razón los colores se mantienen estables bajo manipulación y bajo el almacenamiento. El otro tipo de película es de tipo poroso, en donde por ser porosa tiene cierto grado de descomposición o solubilización.

Las capas de tipo barrera tienen baja conductividad electrónica^[9], lo que hace que el titanio este protegido por una fase no conductora del tránsito electrónico y de esta manera se evita la reacción del material con el electrolito al que se encuentre expuesto. Gracias a la formación de esta capa se evita notablemente la resistencia a la corrosión^[7].

Después de llevar a cabo el análisis de la morfología de los óxidos formados en la superficie, se llevó a cabo el proceso de anodizado en la planta de Quirúrgicos Especializados S.A. El resultado se puede mostrar en la figura 16. En el anexo se encuentra el protocolo que se realizó para la empresa Quirúrgicos Especializados S.A



Figura 16. Resultado en planta

Como resultado final se muestran en la siguiente tabla todas las variables ajustadas en el proceso de anodizado sobre muestras de Ti6Al4V.

Solución	Reactivos	Concentración	Tiempo de inmersión	Otras condiciones
Solución de limpieza	Hidróxido de sodio Agua	4% en peso/volumen	10 minutos en baño ultrasónico	T=80°C
Solución de decapado	Acido fluorhídrico Acido Nítrico Agua	2% v/v HF 5% v/v HNO ₃	5 minutos en baño ultrasónico	T=40°C
Solución de anodizado	Acido sulfúrico Acido cítrico Agua	2.5 M 2.5 M 2.5 L	2 minutos	T ambiente Sin agitación
Solución de sellado	Carbonato de sodio Agua	2.5% en peso/volumen	3 minutos	T=90°C

Tabla 12. Variables fijas ajustadas

7. CONCLUSIONES

- ✓ Se obtuvieron óxidos en superficies de aleación de Ti6Al4V mediante anodizados a diferentes voltajes con un tiempo estandarizado de 2 minutos. Se pudo observar que los óxidos formados son de tipo barrera, compactos con una cierta adherencia y espesores relativamente uniformes que permiten la protección ante la degradación y la corrosión de este tipo de aleaciones usadas en ortopedia.
- ✓ Se logró adecuar una metodología y un procedimiento de anodizados en serie de tornillos de cualquier dimensión en la planta de Quirúrgicos Especializados S.A, estableciendo una carta de colores estables ante manipulación y tiempos de almacenamiento mediante la estandarización de variables.
- ✓ Se encontró que las superficies anodizadas mediante electrolito compuesto por ácido sulfúrico y ácido cítrico se obtienen con corrientes que se estabilizan en poco tiempo independientemente del voltaje aplicado y que a medida que aumenta el voltaje, la rugosidad de los óxidos aumenta. Adicionalmente se encontró que a tiempos bajos de anodizado, la corriente es más estable, haciendo que la formación del óxido sea más compacta y de tipo barrera.
- ✓ Se ajustaron al proceso de anodizado diferentes soluciones y concentraciones con límites de uso, aspecto importante en cuanto al costo que este proceso genera en planta y disminución del mismo gracias al uso repetido de las soluciones.

8. RECOMENDACIONES

- Se recomienda realizar estudios de degradación de los anodizados en fluidos fisiológicos simulados como solución plasma.
- Para futuros trabajos se recomienda realizar crecimientos celulares de tipo óseo sobre los óxidos formados para observar la biocompatibilidad y citocompatibilidad de los mismos.
- Se recomienda usar la misma fórmula del electrolito en anodizados sobre otro tipo de aleaciones como Ti-Zr-Nb para observar el efecto de los elementos aleantes sobre los óxidos formados y la morfología de los mismos.

9. BIBLIOGRAFÍA

- [1]. NAVARRETE, J. CALDERER, L. NAVARRO, A. QUILIS, A. Vástago no cementado encerrojado en cirugía de revisión. Resultados preliminares. Acta Ortopédica Mexicana 2003; 17(3): May.-Jun: 122-127.
- [2]. RATNER, Buddy. Biomaterials Science, Editorial Academic Press, 1996 <http://www.aecientificos.es/empresas/aecientificos/documentos/Biomateriales.pdf>.
- [3]. MORAIS, S. Effects of AISI 316L corrosion products in vitro bone formation, Biomaterials, 1997.
- [4]. La física en la medicina. Citado en biblioteca digital <http://bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volumen1/ciencia2/37/htm/fis.htm>
- [5]. <http://www.lostinhealth.com/Implantes-Ortopedicos-Ortopedia-Piernas-Ortopedicas-Ortopedia-Alemana-Implantes-Ortopedia.asp>.
- [6]. Caia and Nunnb. Electrochemical characterization of cast titanium alloys, Biomaterials, 2002
- [7]. SAY, W. TSAI, Y. Surface characterization of cast Ti-6Al-4V in hydrofluoric-nitric pickling solutions. Surface and Coatings Technology 176 (2004) 337–343.
- [8]. VALENTÍ, J et al. Anodización del titanio para la mejora ante la degradación química de material quirúrgico. Biomecánica, 12(1), 2004, pp. 24-30.
- [9]. KAKOLI Das, SUSMITA Bose, AMIT Bandyopadhyay. Surface modifications and cell-materials interactions with anodized Ti. Acta Biomaterialia 3, 2007, pp. 573–585.
- [10]. HURTADO, M. CAPITAN, M. ALVAREZ, J. FATAS, E. HERRASTI, P. The anodic oxidation of aluminium: Fabrication and Characterization. Portugaliae Electrochimica Acta 25 (2007) 153-162.
- [11]. CHRZANOWSKI, W et al. Influence of the anodic oxidation on the physicochemical properties of the Ti6Al4V ELI alloy, Journal of Materials Processing Technology, 2005.

- [12]. KERRZO, Maan Aziz et al. Electrochemical studies on the stability and corrosion resistance of titanium-based implant materials, *Biomaterials*, 2000.
- [13]. EISENBARTH, E et al. Biocompatibility of β -stabilizing elements of titanium alloys, *Biomaterials*, 2004.
- [14]. CHOI, Jinsub et al. Anodization of nanoimprinted titanium: a comparison with formation of porous alumina, *Science and Technology*, 2004.
- [15]. PÉREZ del PINO, Ángel. Coloración del titanio mediante el tratamiento superficial de oxidación con láser, Universidad de Barcelona, 2003.
- [16]. RODRÍGUEZ, Daniel. Obtención de capas de nitruro de titanio mediante tratamiento termoquímico en titanio y Ti6Al4V y caracterización de sus propiedades para aplicaciones biomédicas, Universidad Politécnica de Catalunya, 1999.
- [17]. PICAS, Joseph A. Caracterización y optimización de la aleación Ti-0.2Pd para aplicaciones clínicas, Universidad de Catalunya, 2000.
- [18]. BANGCHENG Yang et al. Preparation of bioactive titanium metal via anodic oxidation treatment, *Biomaterials*, 2003.
- [19]. APARICIO, Conrado. Tratamientos de superficie sobre titanio comercialmente puro para la mejora de la osteointegración de los implantes dentales. Universidad Politécnica de Catalunya, 2004.
- [20]. NELUT, Ibris y MIRZA, Julia Claudia. EIS study of Ti and its alloys in biological media, *Electroanalytical Chemistry*, 2002.
- [21]. SHARMA, A.K. Anodizing titanium of space applications, Thermal System Division, 1991.
- [22]. XIAOLONG, Zhu; KYO, Han Kim y YONGSOO, Jeong. Anodic oxide films containing Ca and P of titanium biomaterials, *Biomaterials*, 2000

PROTOCOLO DE ANODIZADO



ANGELICA SORAYA MANCIPE MORA

TABLA DE CONTENIDO

1.OBJETIVO	59
2. ALCANCE	59
3. GLOSARIO	59
PROCEDIMIENTO	61
BIBLIOGRAFIA	63
ANEXOS DEL PROTOCOLO	64
ANEXO 1	64
ANEXO 2	64

1.OBJETIVO

Establecer la metodología a seguir para el desarrollo y control del proceso de Anodizado de Titanio en la planta de producción, con el fin de obtener un producto con las características de acabado superficial necesarias para cumplir con las exigencias y requerimientos del Cliente interno, al tiempo que se cumple con las normas de seguridad, con las especificaciones e cada producto y con las expectativas del mercado.

2. ALCANCE

Aplica a la producción de Implantes e Instrumentos Quirúrgicos fabricados en laS aleaciones de Titanio Ti6Al4V (ASTM F136-03), desde que se recibe del proceso de pulido mecánico, pasando por la revisión y limpieza previa, desengrasado, anodizado, limpieza y secado final, hasta el envío al área marcado y control de calidad.

3. GLOSARIO

El glosario de términos utilizados para la definición del presente procedimiento se presenta a continuación:

ANODIZADO: El proceso de anodizado es un tratamiento de oxidación controlada que se le efectúa a una superficie metálica, con el fin de mejorar sus características de protección y su apariencia. Este proceso consiste básicamente en obtener de manera artificial películas de óxido sobre la superficie del metal tratado, con un mayor espesor y con mejores características de protección, que las capas que se forman naturalmente en la superficie de los metales.

La capa protectora se puede obtener de dos formas, mediante procesos químicos o mediante procesos electrolíticos, en este último el oxígeno producido por la electrolisis del agua es utilizado para oxidar el ánodo.

ÁNODO: Parte negativa de la fuente de corriente directa.

CÁTODO: Parte positiva de la Fuente de corriente directa.

BAÑO ULTRASÓNICO: Es un dispositivo que transforma la energía eléctrica en energía mecánica. Este equipo genera ondas ultrasónicas por la oscilación de los transductores piezoeléctricos con una frecuencia aproximada de 20 kHz. En general, un aparato de ultrasonidos incluye un recipiente, lleno de agua, que pueden transmitir las ondas que se emiten por los transductores. Los baños ultrasónicos se utilizan en muchos campos, por ejemplo, para romper las paredes celulares (fragmentación subcelular) o en la limpieza de material de laboratorio químico para eliminar las partículas depositadas sobre los objetos de vidrio o cerámica. Otras aplicaciones típicas incluyen los procesos de mezcla, homogeneización, desintegración y sonoquímica.

CELDA ELECTROLÍTICA: Recipiente en el cual se llevan a cabo las reacciones de los procesos electrolíticos, dentro de ésta se ponen en contacto el ánodo (material a anodizar) y el cátodo, con la solución de anodizado y se suministra el voltaje necesario para obtener el acabado deseado.

ESTADO DE ENTREGA: Estado en el que se encuentra un material antes de iniciar el proceso, es decir, el estado en el que se recibe el material para la realización de un determinado proceso.

FUENTE CORRIENTE DIRECTA: Equipo que transforma corriente alterna en corriente continua. En este proceso es el encargado de suministrar la corriente y voltaje necesario para realizar anodizado de las piezas (VER ANEXO 1).

PROBETA: Recipiente utilizado para medir volúmenes de líquidos. Es un cilindro de vidrio graduado que se ubica verticalmente para ser llenado con el líquido del cual se desea medir una determinada cantidad. Generalmente es fabricado en vidrio o en plásticos resistente al ataque químico por ácidos y bases fuertes. Las probetas no deben ser calentadas ya que esto produciría un error en la medición porque el material del que están fabricadas puede presentar dilatación o contracción haciendo que ésta se descalibre.

DECAPADO: Es un tratamiento superficial de metales que se utiliza para eliminar impurezas, tales como manchas, contaminantes inorgánicos, herrumbre o escoria, de aleaciones de metales ferrosos, cobre, y aluminio. Se utiliza una solución denominada licor de pasivado, que contiene ácidos fuertes, para remover impurezas superficiales. Por lo general es utilizado para quitar escorias o limpiar aceros en varios procesos de fabricación de componentes mecánicos, antes de realizar otras operaciones tales como extrusión, soldadura, pintura, plateado.

SELLADO: Proceso q se le realiza a la pieza después del proceso de anodiza para evitar que este reaccione con el ambiente.

PROCEDIMIENTO

El procedimiento requerido por la empresa Quirúrgicos especializados S.A, está determinado en la figura 1.

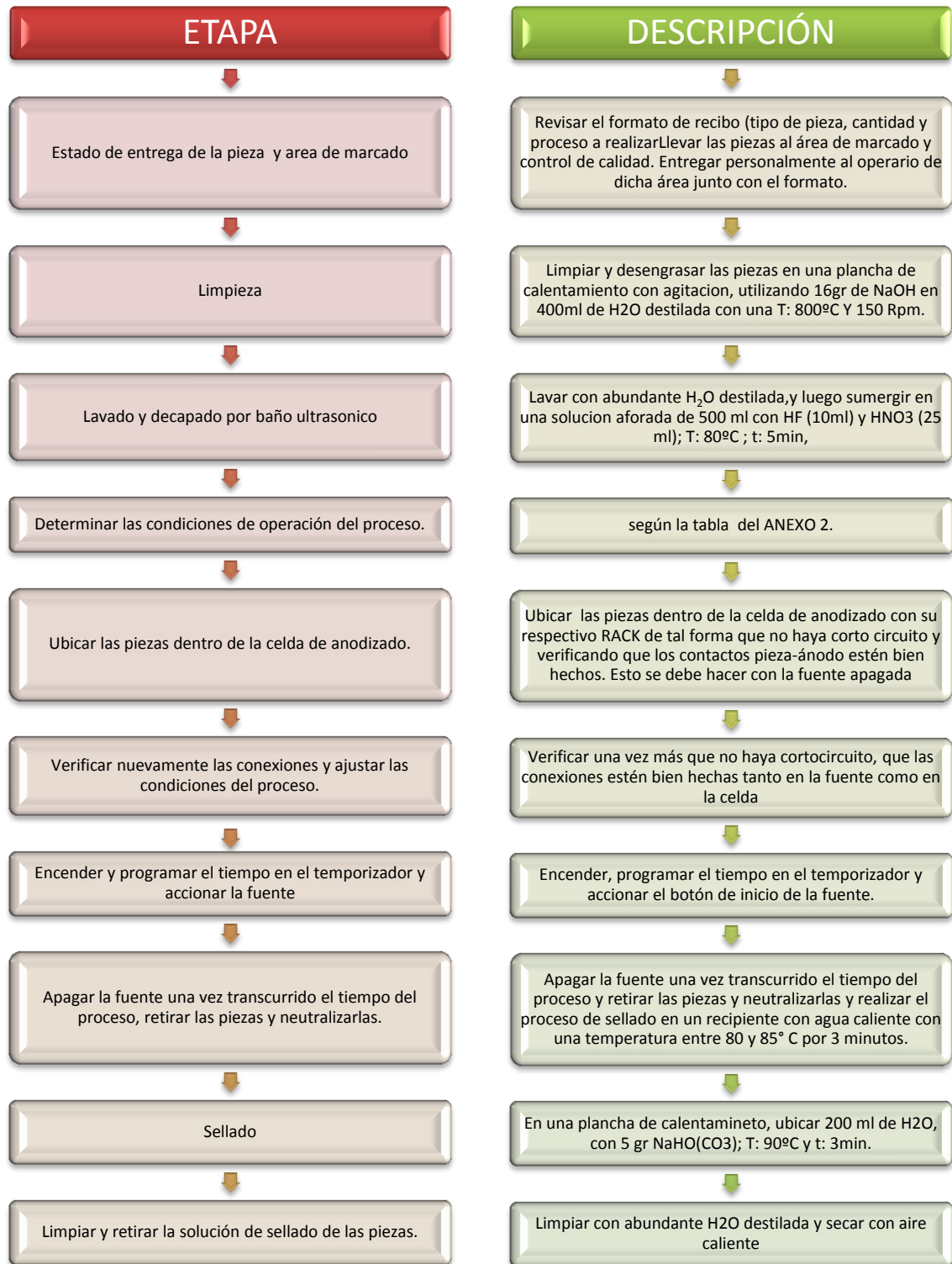


Figura 17. Procedimiento, para realizar el anodizado de aleaciones Ti6Al4V

BIBLIOGRAFIA

- CORONADO D. Diego F.: protocolo de anodizado de aleaciones de Titanio (Ti6Al4V), Quirúrgicos especializados S.A. Bucaramanga, Colombia 2012.

ANEXOS DEL PROTOCOLO

ANEXO 1



ANEXO 2

TIEMPO = 2 MIN			
VOLTAJE	MLIAMPERAJE	COLOR	FOTOS
10	5	OCRE	
20	5	AZUL REY	
30	5	AZUL CLARO	
40	8	VERDE	
50	11	DORADO	
60	19	ROSADO	
70	17	AZUL	
80	14	AZUL TURQUESA	